

VŠB – Technická univerzita Ostrava
Fakulta strojní
Katedra mechanické technologie

**Studium CVD povlaků aplikovaných
na obráběcích nástrojích ze slinutých karbidů**

**Study of CVD Coatings Applied
on Shaping Tools from Sintered Carbides**

Student:
Vedoucí diplomové práce:

Bc. Radek Přikryl
doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.

Ostrava 2013

VŠB - Technická univerzita Ostrava
Fakulta strojní
Katedra mechanické technologie

Zadání diplomové práce

Student: **Bc. Radek Přikryl**
Studijní program: N2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: 2303T002 Strojírenská technologie
Specializace: 20 Strojírenská technologie
Téma: Studium CVD povlaků aplikovaných na obráběcích nástrojích ze
slnutých karbidů
Study of CVD Coatings Applied on Shaping Tools from Sintered
Carbides

Zásady pro vypracování:

1. Prostudujte charakter a vlastnosti CVD povlaků pro aplikaci na slnuté karbidy.
2. Prostudujte vliv tloušťky povlaku na vlastnosti obráběcích nástrojů.
3. Navrhněte metodiku experimentálních prací.
4. Proved'te experimentální práce, jejich vyhodnocení.
5. Zpracujte technickou zprávu.

Seznam doporučené odborné literatury:

MOHYLA, M. *Technologie povrchových úprav kovů*. Učební texty VŠB – TU Ostrava, 2006. 3. vydání. 156 s. ISBN 80-248-1217-7.
PODJUKLOVÁ, J. *Speciální technologie povrchových úprav I*. Učební texty VŠB – TU Ostrava, 1994. 1. vydání. 71 s. ISBN 80-7078-235-8.
BURAKOWSKI, T., WIERZCHOŃ, T. *Surface Engineering of Materials*. CRC Press LLC, 1999. 592 s. ISBN 0-8493-8225-4.

Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.


Vedoucí diplomové práce: **doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.**

Datum zadání: 14.12.2012

Datum odevzdání: 20.05.2013




prof. Ing. Jiří Hrubý, CSc.
vedoucí katedry


doc. Ing. Ivo Hlavatý, Ph.D.
děkan fakulty

Místopřísežné prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem celou diplomovou práci včetně příloh vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě 17.5.2013



.....

podpis studenta

Prohlašuji, že:

- jsem byl seznámen s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., autorský zákon, zejména § 35 – užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a § 60 – školní dílo.
- беру на ве́доміі, že Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen „VŠ-TUO“) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě diplomovou práci užít (§ 35 odst. 3).
- souhlasím s tím, že diplomová práce bude v elektronické podobě uložena v Ústřední knihovně VŠB-TUO k nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího diplomové práce. Souhlasím s tím, že údaje o kvalifikační práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO.
- bylo sjednáno, že s VŠB-TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona.
- bylo sjednáno, že užít své dílo – diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB-TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB-TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- беру на ве́доміі, že odevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů, bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě 17.5.2013


.....
podpis

Jméno a příjmení autora práce:

Bc. Radek Přikryl

Adresa trvalého pobytu autora práce:

Oborník 547/17, 789 01 Zábřeh

ANOTACE DIPLOMOVÉ PRÁCE

PŘÍKRYL, R. *Studium CVD povlaků aplikovaných na obráběcích nástrojích ze slinutých karbidů : diplomová práce*. Ostrava : VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta strojní, Katedra mechanické technologie, 2013, 55 s. Vedoucí práce: doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.

Diplomová práce se zabývá studiem na CVD povlaky při jejich aplikaci na vyměnitelných břitových destičkách ze slinutých karbidů při obrábění. Je zde popsána historie povlakování, charakteristika metody CVD, popis povlakovacího procesu. V práci jsou rovněž shrnuty vlastnosti CVD povlaků pro aplikaci na slinuté karbidy včetně zkoušek, které se používají při stanovení vlastností povlaků. Součástí práce je i vlastní experiment, kde jsou na vybraných vyměnitelných břitových destičkách povlakovaných metodou CVD provedeny měření tvrdosti povlaků, tloušťky povlaků, adheze povlaků a teplotních trhlin.

ANNOTATION OF THESIS

PŘÍKRYL, R. *Study of CVD Coatings Applied on Shaping Tools from Sintered Carbides : Thesis*. Ostrava : VŠB – Technical University of Ostrava, Faculty of Mechanical Engineering, Department of Mechanical Technology, 2013, 55 p. Thesis head: doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.

Master thesis is dealing with study of CVD coatings in their application on indexable cutting inserts from sintered carbides during machining. There is described the history of coatings, characteristics of CVD method, a description of the coatings process. At thesis are also summarized properties of CVD coatings for application to sintered carbides including tests, that are used in the determination of characteristics of coatings. Part of the thesis is its own experiment, where is tested on selected indexable cutting inserts coated by CVD hardness coatings, the thickness of the coatings, adhesion of the coatings and thermal cracks.

Obsah

Seznam použitých zkratk a symbolů	8
Úvod	9
1 Slinuté karbidy	10
2 Historie povlakování	12
3 Charakteristika metody CVD	15
3.1 Klasická vysokoteplotní CVD metoda	16
3.2 PACVD metoda	17
3.2 MTCVD metoda.....	17
4. Povlakovací proces metodou CVD	18
5. Vlastnosti CVD povlaků pro aplikaci na slinuté karbidy	20
6. Zkoušky vlastností povlaku	22
6.1 Tvrdost povlaku	22
6.2 Tloušťka povlaku	24
6.3 Adheze povlaku.....	24
6.4 Drsnost povlaku	25
6.5 Kluzné vlastnosti povlaku.....	25
6.6 Odolnost povlaku vůči oxidaci	25
6.7 Tepelná stabilita povlaku	26
6.8 Chemická stabilita povlaku.....	26
7. Opatření povlakovaných VBD při obrábění	27
7.1. Mechanismy vzniku opotřebení	27
7.2 Typy opotřebení bříty VBD	30
8. Experimentální část	34
8.1 Složení povlaků na vybraných vzorcích VBD	35
8.2 Zkoušení vlastností povlaků	38
8.2.1 Tvrdost povlaků	38
8.2.2 Tloušťka povlaků	40
8.2.3 Adheze povlaků.....	44
8.2.4 Zkoušky teplotních trhlin.....	46

9. Vyhodnocení měření	52
10. Závěr	53
Seznam použité literatury	54

Seznam použitých zkratk a symbolů

CVD	Chemical Vapour Deposition – chemické napařování
HSS	rychlořezná ocel
HV	tvrdost podle Vickerse
MTCVD	Middle Temperature CVD – středně-teplotní CVD metoda
PACVD	Plasma Activated CVD – plazmaticky aktivovaná CVD metoda
PVD	Physical Vapour Deposition – fyzikální napařování
SEM	skenovací elektronový mikroskop
SK	slinutý karbid
TEM	transmisní elektronový mikroskop
VBD	vyměnitelná břitová destička

Úvod

Současné výrobní provozy jsou vybaveny CNC stroji a obráběcími automaty pracujícími ve vysokořezných podmínkách. Stroje provádí automatické změny související s nastavením nástrojů, chlazením a synchronizací výrobních operačních postupů. Tato skutečnost klade velký důraz na výběr nástrojů, které musejí být vysoce spolehlivé, cenově přístupné a efektivní.

Rychlé opotřebování řezných nástrojů by znamenalo prostojе způsobené změnou nástrojů, výrazné snížení produktivity práce a nevyužití drahého výrobního provozu na plnou kapacitu. Poškození nástroje by ohrozilo investice vložené do výroby, jako je lidská práce, stroje, materiál a čas. Proto je nezbytné sladit stroj, nástroje a výrobní podmínky tak, aby se zvýšila produktivita a snížila zmetkovitost.

Zvýšení produktivity je možné dosáhnout většími řeznými rychlostmi zkombinovanými s vhodnými posuvy a hloubkami řezu. Řezné podmínky v kombinaci s třením mezi nástrojem a obrobkem vyvolávají velké koncentrace tepla na řezné hraně a na celé straně nástroje, což je jednou z hlavních příčin nástrojového opotřebení. Jedním z velmi úspěšných opatření ke zvýšení ochrany povrchu nástroje proti těmto nepříznivým jevům byl vývoj tvrdých otěruvzdorných povlaků.

V současnosti je jednou z technologií povlakování nástrojů metoda chemického povlakování - Chemical Vapour Deposition (CVD). Tato metoda je založena na principu nanášení povlakového materiálu za účelem zvýšení tvrdosti, odolnosti proti otěru, zlepšení fyzikálních a chemických vlastností povrchové vrstvy nástroje a s tím související zvýšení životnosti nástroje.

Moderní povlaky mohou až několikanásobně prodloužit trvanlivost nástroje a umožňují pracovat s vyššími řeznými a posuvovými rychlostmi při zachování požadované jakosti obrobeného povrchu.

Povlakované vyměnitelné břitové destičky (VBD) ze slinutých karbidů v současnosti velmi dobře naplňují požadavky kladené na výkonný řezný materiál pro široký okruh běžných i speciálních obráběcích operací. Díky povlaku získávají VBD tvrdý povrch, který působí jako bariéra pro mechanismy opotřebení a zároveň se díky nízkému koeficientu tření snižuje tepelné zatížení nástroje a to zvyšuje životnost.

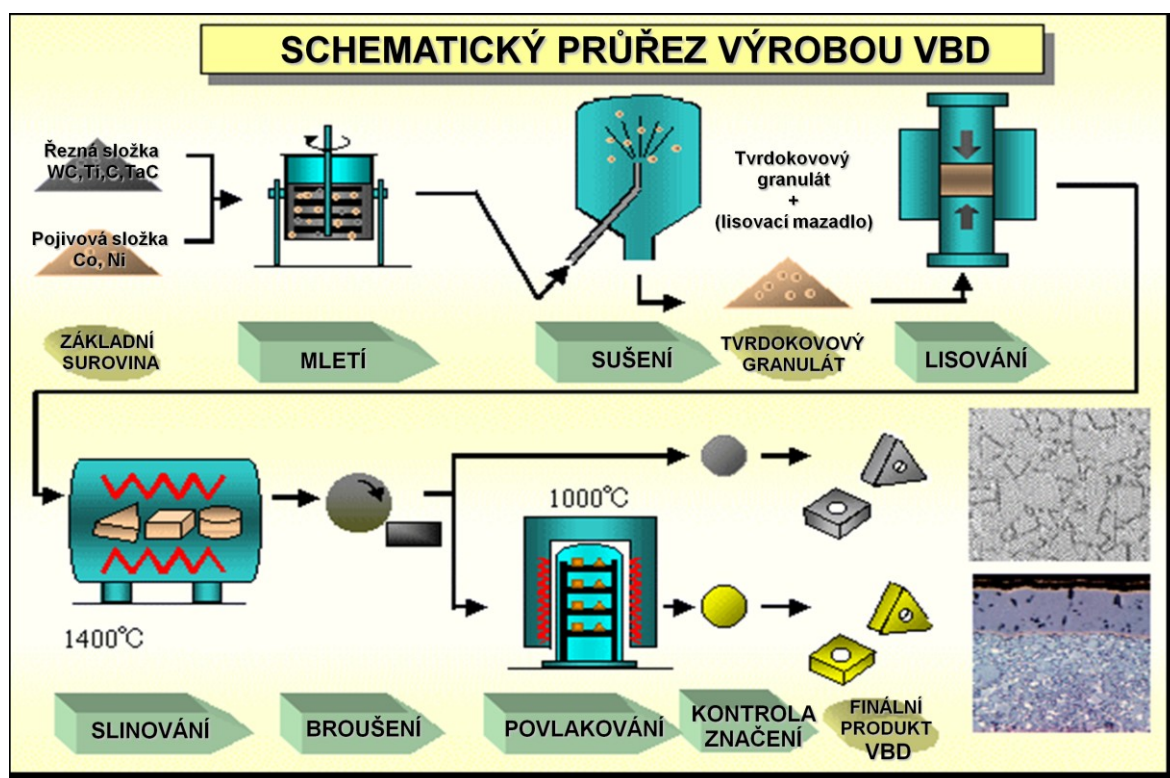
1 Slinuté karbidy

Slinuté karbidy, dále jen SK, jsou materiály složené z jemnozrnného prášku a pojiva, které se v daném poměru míchají. Jako základní karbid pro výrobu SK je používán karbid vysoce tavitelných kovů wolframu a titanu, WC a TiC. Jako pojivo je používán nejčastěji kobalt. Jeho obsah se pohybuje v rozmezí 4 - 17 %. Dalšími přísadami mohou být TaC, NbC a chrómu Cr₃C₂. [1]

Nepovlakované SK mají nižší termochemickou stabilitu, díky níž nejsou vhodné pro obrábění vysokými řeznými rychlostmi. V šedesátých letech minulého století však nastal výrazný zlom ve výrobě SK, a to zavedením výroby destiček povlakovaných tenkými vrstvami TiC. Povlakování SK se tímto stalo významnou metodou vedoucí k výraznému zlepšení řezných vlastností u vyměnitelných břitových destiček (VBD) pro řezné nástroje. [1]

V dnešní době se již povlakuje většina nástrojů ze SK, a to termochemicky stabilními povlaky karbidů, nitridů, oxidů a jejich kombinací. Povlakované SK pak mohou pracovat při vysokých řezných rychlostech, vysokých posuvových rychlostech a při vysokém úběru třísky obráběného materiálu. Hlavním důvodem výroby povlaků je snížení součinitele tření, zamezení tvorby nárůstků na břitu nástroje, získání tvrdého povrchu při zachování houževnatého jádra a především prodloužení životnosti nástroje. [1]

Slinutý karbid se vyrábí pečlivě kontrolovanými technologiemi oboru nazývaného prášková metalurgie. Tyto technologie jsou výsledkem několik desetiletí trvajících vývoje. Podstata výroby spočívá ve slisování směsi prášku částic karbidů s práškem pojiva a následném slinování při teplotě blízké se nebo přesahující teplotu tavení pojiva. Tvrdost takto vzniklého materiálu se blíží tvrdosti karbidů, z nichž je vyroben, a navíc má značnou pevnost v tlaku a ohybu díky pojivu s vysokou smáčivostí v tekutém stavu, v němž jsou částice karbidů pevně zakotveny. Průběh výroby VBD ze slinutých karbidů schematicky znázorňuje následující obrázek: [1]



Obr. 1 – Schematický průřez výrobou VBD [15]

2 Historie povlakování

V historii řezných nástrojů vždy byla snaha vyvinout nástroje s obohacením tvrdé látky pro zlepšení otěruvzdornost. Jeden rakouský patent z roku 1963 popisuje použití destičky z vysoce otěruvzdorného tvrdokovu, která byla naletovaná na relativně houževnatý tvrdokov. [2]

V Rusku bylo v 50. letech minulého století vyvinuto nanášení tvrdokovu na ocelové nástroje najiskřováním z tvrdokovových elektrod. V roce 1953 byl popsán v patentové literatuře způsob vylučování titankarbidu a titannitridu na ocel prostřednictvím chemické reakce z plyných směsí při zvýšené teplotě. Tyto výsledky byly popsány v roce 1957, kdy bylo pozorováno, že přirozenou křehkost takových vrstev tvrdých látek je možné potlačit snížením tloušťky vrstvy. Cílem těchto prací byla úspora tvrdokovu, resp. drahých legovacích prvků z oceli. V tomto období ještě nebylo zjištěno, že výhody povlaků tvrdých látek jsou zvláště zřetelné teprve při velmi tlakově odolné podložce z tvrdokovu nebo tvrzené rychlořezné oceli. [2]

V 60. letech minulého století přinesla firma Wimet Ltd. z Velké Británie na trh tímto způsobem vyráběné vyměnitelné destičky pod označením „laminated tips = laminované destičky“, které měly na povrchu ploch 0,3 – 0,6 mm tlusté vrstvy tvrdokovu obohaceného TiC-Ta(Nb)C s nižším obsahem Co na jádru z houževnatějšího tvrdokovu. Řezné hrany byly však citlivé na vydrolování z důvodu velké tloušťky otěruvzdorné vrstvy. [2]

Rozhodující průlom ve vývoji přineslo v letech 1967 – 1969 zjištění, že už od několika tisícinných silných vrstev TiC, naneseného na tlakově pevnou tvrdokovovou podložku, se projeví zřetelně lepší užité vlastnosti zejména při třískovém obrábění ocelových a litinových obrobků. [2]

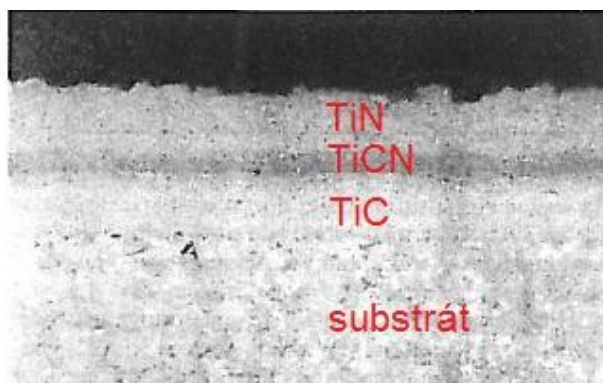
Tento vývojový krok tvrdou látkou povlečených destiček se označuje často jako „**první generace**“. Vyznačoval se výskytem η - fáze v přechodné oblasti mezi asi 3 – 5 μm silnou vrstvou TiC a základním tvrdokovem. Zkřehnutí η - fází mělo za následek zvýšenou citlivost na rázy a tlak v řezu a dávalo tak určité hranice oblasti použití takového tvrdokovu. Došlo však ke zřetelnému zvýšení výkonů proti nepovlakovaným tvrdokovům. [2]

Na počátku 70. let došlo k dalšímu vývojovému stupni povlakování, označovanému také jako „**druhá generace**“. Tato zlepšená technika CVD-postupů lépe ovládla uhlíkovou bilanci. Došlo k odstranění mezivrstvy obsahující η - fázi, a tím ke zvýšení houževnatosti

řezné hrany. To umožnilo zvýšení vrstvy na 6 – 7 μm a další zlepšení řezného výkonu. Vedle TiC byly jako povlakovací tvrdé látky použity TiN, Ti(C,N) a ojediněle i Al_2O_3 . [2]

Dalším vývojovým stupněm povlaků tvrdých látek, tzv. „**třetí generace**“, je zavedení vícefunkčních vícenásobných vrstev z různých tvrdých látek. Každá tato látka má podle svých vlastností a umístění v celkovém povlaku určité funkce. [2]

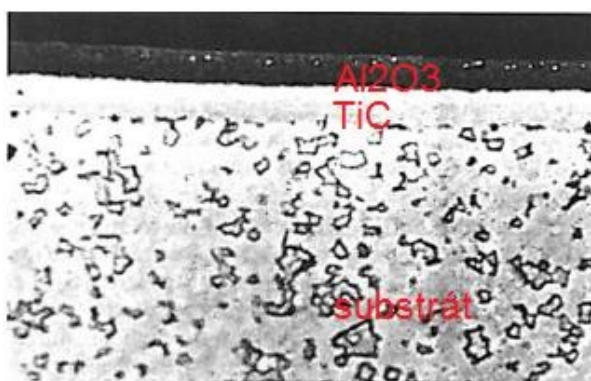
Jako první vrstva k základnímu tvrdokovu se vzhledem k dobré přilnavosti a koeficientu teplotní roztažnosti, který je nejbližší k tvrdokovu, nabízí TiC. V případě tzv. povlaků Goldmaster (viz obr. 2) následují na TiC-vrstvě různé vrstvy titankarbonitridu až po vnější vrstvu TiN. Tyto vrstvy zvyšují odolnost proti kráterovému a třecímu otírání. [2]



Obr. 2 - „Goldmaster“ -
Povlak na tvrdokovu (zvětšení 1500) [2]

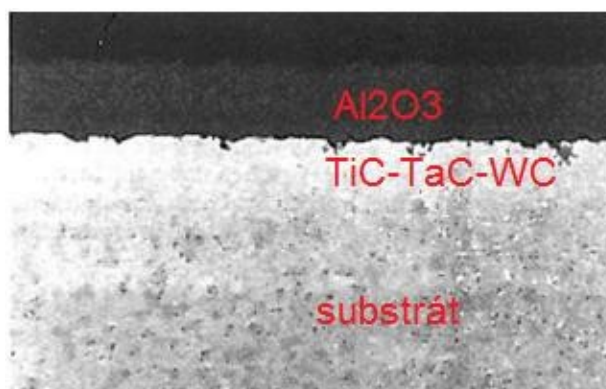
V současnosti však, zejména kvůli použitelnosti MTCVD metody, bývá základní vrstvou CVD povlaku Ti(C,N). [2]

U jiného povlaku následuje na vrstvě TiC přímo Al_2O_3 (viz obr. 3): [2]



Obr. 3 – TiC- Al_2O_3 –
Povlak na tvrdokovu (zvětšení 1500x) [2]

V jiné variantě je vrstva Al_2O_3 vyloučená na vrstvě směsných krystalů TiC-TaC-WC prakticky bez pojícího kovu (viz obr. 4): [2]



*Obr. 4 – Al_2O_3 –
Povlak na tvrdokovu (zvětšení 1500x) [2]*

Tento typ povlaku je použitelný jen u dokončovacích operací za vysokých řezných rychlostí. [2]

Zvlášť dobré se ukázaly tzv. povlaky Starmaster, které mají na vrstvě titankarbidu vrstvu titankarbonitridu a na ní tenké keramické vrstvy na bázi Al_2O_3 , které se střídají s TiN (viz obr. 5). Celá tloušťka vrstvy je asi 8 μm , z čehož připadá na TiC a Ti(C,N) asi 4 μm a na keramické vrstvy také 4 μm . [2]



*Obr. 5 – „Starmaster“ –
Povlak na tvrdokovu (zvětšení 1500x) [2]*

Rozdělením povrchu tvrdých látek na větší počet velmi tenkých vrstev došlo ke zlepšení houževnatosti. Můžeme to vysvětlit laicky na příkladu srovnání skleněné desky a skleněné vlny: Křehké látky ve formě jemných vláken nebo velmi jemných vrstev je možné tvarovat bez zlomení. Takto se mohou také tenké vrstvy tvrdých látek o mnoho snadněji elasticky a plasticky přetvářet během třískově-obráběcího procesu bez nebezpečí otěru nebo vydrolení. Zkušenost ukazuje, že přetvářitelnost vícenásobného povlaku je výrazně lepší než jednoduchá vrstva stejné tloušťky. [2]

Na základě svých lepších vlastností pokud se jedná o houževnatost, je celková tloušťka vícevrstvého povlaku většinou větší svými 8-10 μm než u vrstev jednoduchých.

3 Charakteristika metody CVD

Chemické metody nanášení povlaků CVD vycházejí z principu vzniku chemických sloučenin přiváděných v plynném stavu k povrchu povlakovaného předmětu. Jedná se o soubor chemických reakcí v plynné fázi a na rozhraní plynné a pevné fáze za určitého tlaku a současného dodávání energie. Při tom vznikají vedle pevných látek i těkavé produkty, které je nutné odstraňovat. Významnou úlohu mají adsorpční jevy, především chemisorpce. Nukleací a růstem tuhé fáze se připravují povlaky z tvrdých, vysokotavitelných sloučenin, jako jsou např. TiN, TiC, TiCN, TiB₂, Al₂O₃ atd. Povlaky mohou mít tloušťku 3 až 25 μm. [5]

Mezi **hlavní výhody povlakování metodou CVD** patří: [1]

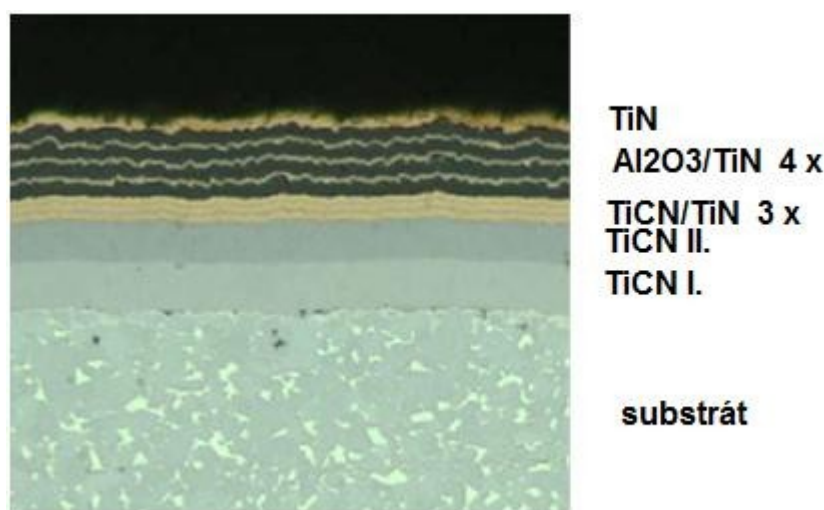
- vysoká hustota povlaku,
- vysoká teplotní stabilita povlaku,
- vysoká homogenita povlaku (dobré pokrytí substrátu),
- vynikající adheze k podkladovému materiálu,
- rovnoměrná tloušťka u tvarově složitých nástrojů a součástí,
- dobrá stechiometrie povlaku (možnost jejího řízení v širokých mezích),
- možnost vytvářet poměrně složité vrstvy (Al₂O₃, uhlíkové kluzné vrstvy, diamantové vrstvy),
- ekonomická výhodnost tvorby silných vrstev povlaků,
- povlakování předmětu ze všech stran v důsledku poměrně vysokých pracovních tlaků plynné směsi (1-100 kPa),
- relativně nízké pořizovací i provozní, slučitelnost s ostatními výrobními postupy.

Nevýhody metody CVD: [1]

- vysoké pracovní teploty, které mohou mít nepříznivý vliv na vlastnosti povlakovaného předmětu i samotného povlaku,
- nelze vytvářet některé typy povlaků (např. kombinací různých typů kovů - TiAlN),
- nelze napovlakovat ostré hrany,
- vysoká energetická náročnost,
- dlouhý pracovní cyklus 8-10 hodin,
- ekologicky nevyhovující pracovní plynné směsi (toxické chloridy),
- tahová napětí ve vrstvě (rozdílný koeficient tepelné roztažnosti).

3.1 Klasická vysokoteplotní CVD metoda

Základním atributem povlakování CVD je, že chemická reakce probíhá při vysoké teplotě, zpravidla při 900 – 1050 °C, přičemž pracovní tlaky v reaktoru se udržují pomocí vývěvy v rozsahu 50 - 500 mbar. Rychlost růstu povlaku je mimo jiné úměrná tlaku v reaktoru, přičemž dochází k většímu přírůstku hmotnosti povlaku v místě kontaktu povlaku s podložkou. Tato skutečnost je vysvětlována tím, že v počáteční fázi nanášení povlaku TiC dochází k odebrání volného uhlíku ze substrátu, což ve svém důsledku vede k oduhličení slinutého karbidu a vzniku tzv. η – fáze na povrchu substrátu. Ke vzniku η - fáze dochází při teplotách nad 900 °C. Obecně se dá říci, že vznik oduhličené η – fáze na povrchu substrátu těsně pod povlakem je nežádoucí, protože tato vrstva má vyšší tvrdost, což ve svém důsledku vede ke snížení houževnatosti slinutého karbidu a vede k negativním výsledkům při nasazení v přerušovaném řezu. Při kontinuálním obrábění není malé množství η – fáze na závadu. [8]



Obr. 6 – Ukázka CVD povlaku na substrátu (zvětšení 1500x) [3]

CVD metoda má mnoho modifikací, z nichž některé jsou významné tím, že výrazně snižují pracovní teplotu procesu. Jejich hlavní výhodou je skutečnost, že v důsledku nižší reakční teploty nedochází k poklesu houževnatosti podkladového slinutého karbidu a břitové destičky jsou odolnější proti mechanickým rázům a mohou být použity při vyšších hodnotách posuvových rychlostí. Ze stejného důvodu lze též vyrábět břitové destičky s většími kladnými úhly čela (a tedy menšími úhly břitu) bez rizika, že by při jejich použití v přerušovaném řezu docházelo k vylamování ostří. [4]

3.2 PACVD metoda

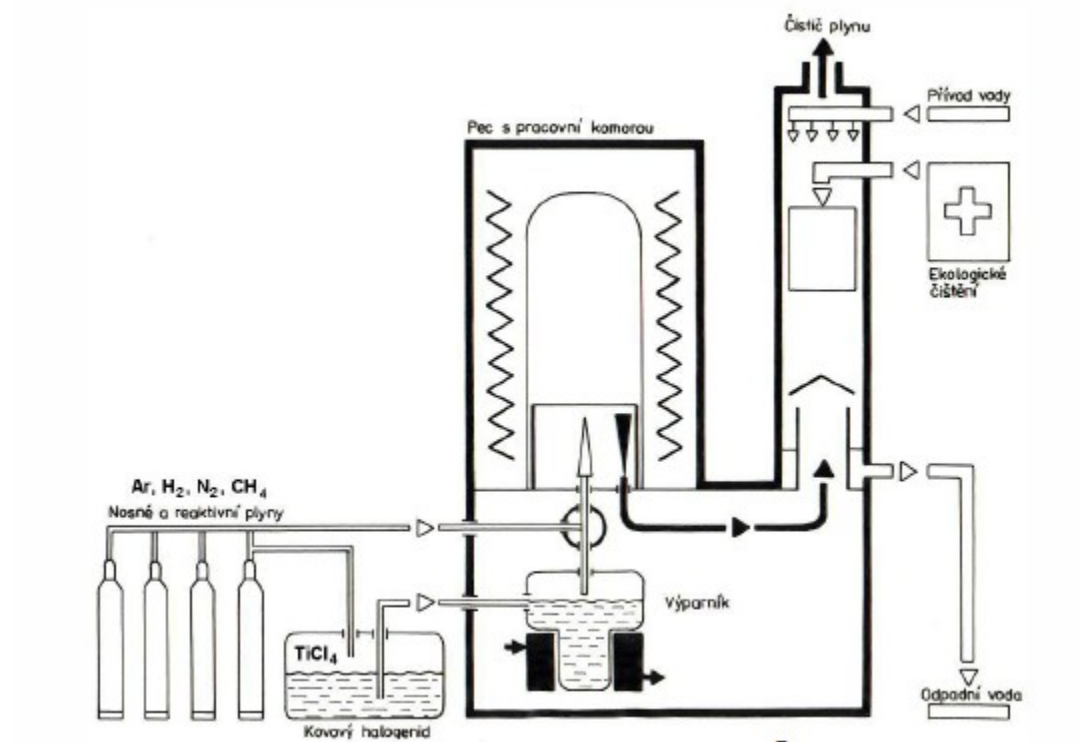
Jednou z nich je metoda **PACVD** (Plasma Activated Chemical Vapour Deposition) – plazmaticky aktivovaná CVD metoda. Pracovní teploty u této metody jsou pod hranicí 600 °C při zachování základního principu depozice z plynné fáze. PACVD metoda využívá zvýšení energie plynné atmosféry její ionizací plazmovým výboje, který doutná v komoře reaktoru. Plazma se vytváří reaktivním plynem (např. NH_3) nebo vnějším elektrickým napájecím zdrojem (střídavé napětí s nízkou nebo vysokou frekvencí, stejnosměrné nebo stejnosměrné pulzní napětí). [3]

3.2 MTCVD metoda

Další metodou, která je založena na principu snížení vysokých pracovních teplot CVD metody, je tzv. metoda **MTCVD** (Middle Temperature Chemical Vapour Deposition). Na rozdíl od konvenční CVD technologie, kde teploty nanášení povlaků dosahují 950 - 1050 °C, umožňuje technologie MTCVD nanášet povlaky z plynné fáze za teplot podstatně nižších, 700 - 850 °C. Zatímco u metody CVD je používán plynný metan CH_4 (zdroj uhlíku) a čistý dusík, MTCVD metoda využívá jako vstupní sloučeninu acetonitril (CH_3CN). Zdrojem titanu je u obou metod chlorid titaničitý (TiCl_4). Rychlost růstu vrstvy TiCN je u metody MTCVD přibližně třikrát vyšší než u klasické vysokoteplotní CVD metody. [4]

4. Povlakovací proces metodou CVD

CVD je chemický povlakovací proces, při kterém jsou plynné chemické sloučeniny zapuštěny do reakční komory v těsné blízkosti substrátů, kde dochází k reakcím těchto plynných složek a tím k vytváření pevného povlaku na povrchu substrátů (viz obr. 7). Plynné složky mohou být aktivovány klasicky tepelně (CVD) nebo jiným způsobem, např. plazmou (PACVD). [7]



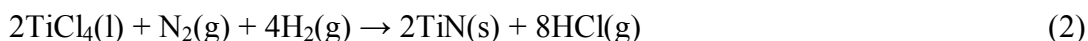
Obr. 7 - Schéma CVD povlakovacího zařízení [7]

Probíhající chemické reakce při nanášení TiC, TiN a TiCN: [7]

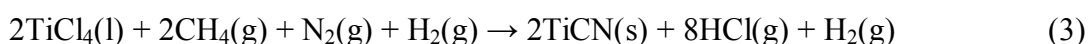
- **vylučování karbidu titanu**



- **vylučování nitridu titanu**



- **vylučování karbonitridu titanu**



Zdrojem titanu ve výše uvedených rovnicích je kapalný chlorid titaničitý TiCl_4 , který je zahříván na teplotu blížíci se jeho bodu varu a následně jsou jeho páry unášeny nosným plynem H_2 a metanem CH_4 do reaktoru, kde dochází k vylučování oteruvzdorné vrstvy

TiC (1). Při vylučování TiN je použit obdobně použit chlorid titaničitý TiCl_4 spolu s reakčním plynem dusíkem N_2 (2). Podobným způsobem dochází k vylučování karbonitridu titanu TiCN (3). [7]

Na následujícím obrázku je zobrazen příklad CVD povlakovacího zařízení BERNEX:



Obr. 8 - CVD povlakovací zařízení BERNEXTM BPX [9]

5. Vlastnosti CVD povlaků pro aplikaci na slinuté karbidy

Povlakované vyměnitelné břitové destičky ze SK byly na trhu představeny koncem 60. let minulého století. Následoval vývoj tzv. čtyř generací tenkých otěruvzdorných povlaků, vytvářených vysokoteplotním procesem CVD a optimalizace podkladového SK. Výsledkem je podstatný technický a ekonomický přínos díky výborné kombinaci řezných charakteristik. Poslední varianty CVD procesem povlakovaných SK dovolují zvýšit řeznou rychlost o 200 až 300% oproti nepovlakovaným druhům. [10]

Povlaky na slinutých karbidech pro obrábění mají vyšší tvrdost, než slinuté karbidy, snižují řezné síly, teplotu, koeficient tření a brání difúznímu mechanismu opotřebení. I když dojde k porušení vrstvy povlaku a odkrytí podkladového slinutého karbidu, udržují si povlakované břitové destičky obvykle ještě po určitou dobu svoji vyšší odolnost proti opotřebení ve srovnání s nepovlakovanými destičkami ze stejného druhu slinutého karbidu. [1]

Prvním materiálem, použitým pro CVD povlakování karbidů skupiny WC + Co, byl karbid titanu (TiC). V četnosti výskytu byl doplněn vrstvami TiN, TiCN a Al_2O_3 . Uvedené povlaky se liší fyzikálními vlastnostmi, pevnostními charakteristikami, adhezí k podkladu, odolností proti různým druhům opotřebení a koeficientem tření. Povlak TiC má barvu šedou, TiN zlatou, Al_2O_3 je transparentní, barva TiCN je ovlivněna poměrem C : N. [6]

Vrstvy typu TiCN, které mají oproti nejčastěji používaným vrstvám TiN nižší koeficient tření a lepší tepelnou vodivost. V případech, kdy je aplikace CVD povlaků z rozměrových hledisek možná, je kvalita povlaků TiCN nanášených touto technologií zcela bezkonkurenční. Zejména v případech extrémního namáhání nástrojů při výrobě strojních dílů z vysocepevných materiálů lisováním a tvářením. Pro další zlepšování kvality těchto povlaků, zejména jejich koeficientu tření, jsou vyvíjeny další varianty těchto povlaků. [6]

V současnosti jsou jemnozrnné jednofázové CVD povlaky TiC, TiN nebo Al_2O_3 používány výjimečně. Většina komerčních povlaků je **vícevrstevých** anebo s rozdílnou morfologií struktury jednotlivých vrstev, např.: TiN + TiCN + Al_2O_3 nebo TiC + TiCN + TiN + Al_2O_3 nebo TiCN + Al_2O_3 + TiN. Existují CVD povlaky složené až z 15 vrstev. Hlavní důvody pro vícevrstvé variace jsou následující: kombinace vlastností různých povlaků (morfologií) zlepšuje řezné charakteristiky břitu, povlaky mají univerzálnější použití výhodné z hlediska výrobce i spotřebitele, posloupnost vrstev umožňuje ovlivňovat

přilnavost povlaku k podkladovému karbidu při obrábění. Na houževnatost povlaku má velký vliv tloušťka povlaku, s rostoucí tloušťkou povlak "křehne". [10]

Také podkladový SK a jeho povrchová vrstva jsou důležitými faktory pro chování povlakované břitové destičky v provozu. Podklad musí zachovat tvar při pracovních teplotách a tlacích a musí být odolný proti křehkému porušení. S ohledem na přilnavost povlaku nesmí povrchová vrstva obsahovat volný uhlík nebo křehkou η - fázi. U poslední generace povlakovaných SK se využívá tzv. gradientní slinování, kterým se řídí rozdílné rozložení pojící fáze v podpovrchových vrstvách podkladu. Vyšší obsah Co u povrchu zajišťuje houževnatý břit při zachování kladných vlastností. [10]

Také tvar, velikost a kvalita ostří vyměnitelných destiček určených pro povlakování rozhoduje o provozním chování, zvláště v záběhové části řezání. Proto je většina destiček pro CVD povlaky speciálně upravena zaoblením. Povlakované destičky se zaobleným ostřím jsou nevhodné pro obrábění s posuvy menšími než 0,1 mm. [10]

6. Zkoušky vlastností povlaku

Zkoušky povlaku jsou důležité zejména pro výzkum a vývoj nových vrstev a pro ověřování vlastností povlaku na nástrojích. Každý povlak je charakterizován širokým souborem vlastností a parametrů. Při zkoušení vlastností povlaku jsou testovány jak fyzikální, tak i chemické vlastnosti povlaku. [12]

Fyzikální vlastnosti:

- tvrdost povlaku,
- tloušťka povlaku,
- adheze povlaku,
- drsnost povlaku,
- kluzné vlastnosti povlaku.

Chemické vlastnosti:

- odolnost povlaku vůči oxidaci,
- tepelná stabilita povlaku,
- chemická stabilita povlaku.

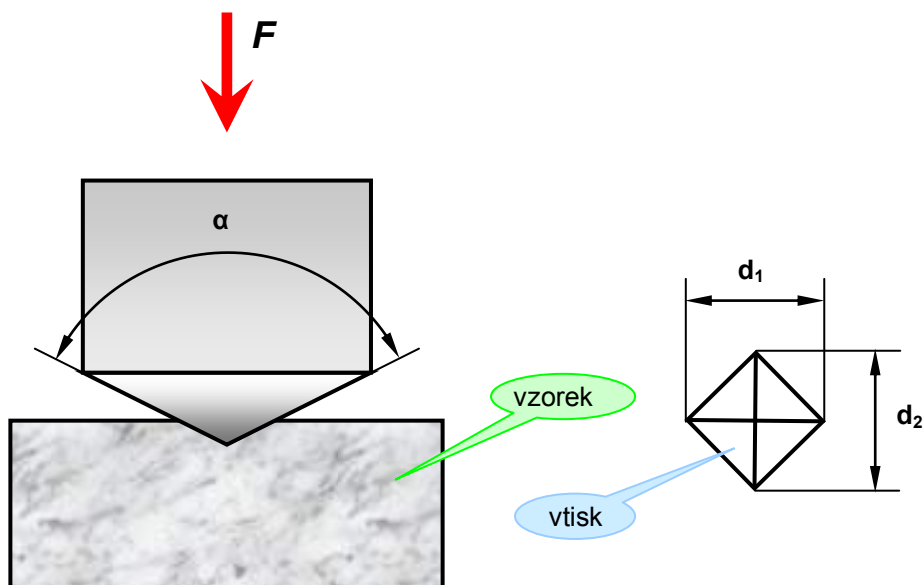
6.1 Tvrdost povlaku

Tvrdost definována jako "odolnost proti pronikání cizích předmětů". Právě proto je vysoká tvrdost základním parametrem otěruvzdorných vrstev. [12]

Běžná tloušťka povlaků je pouze několik mikrometrů. Při měření tvrdosti je třeba zajistit, aby měřicí hrot proniknul maximálně do 1/10 tloušťky vrstvy. Velikost zátěže při měření tvrdosti vrstev se proto volí v řádu desítek mN. Hloubka vtisku při takové zátěži je pod 0,5 μm . Tím se zajistí, aby měření tvrdosti vrstvy nebylo ovlivněno vlastnostmi podkladového materiálu. Vzniklé stopy je velmi obtížné vyhodnocovat mikroskopem, proto se využívají speciální přístroje - mikrotvrdoměry, které souběžně se zatěžováním hrotu měří hloubku jeho pronikání do vrstvy s přesností na jednotky nm. [12]

Jednou z používaných metod **stanovení tvrdosti** je **metoda podle Vickerse**. Princip této metody spočívá ve vnikání zkušebního tělesa – indentoru – do zkoumaného materiálu a následného zjišťování míry deformace tohoto materiálu (viz obr. 9). Jako indentor se v tomto případě používá diamantový čtyřboký jehlan s vrcholovým úhlem 136° , měřítkem tvrdosti materiálu jsou délky dvou úhlopříček vtisknutého jehlanu (viz obr. 10). Vickersova zkouška se označuje jako HV. Příklad zápisu měření tvrdosti podle Vickerse je na obr. 11. [13]

Vickersova metoda je značně univerzální, lze ji použít na tvrdé i měkké materiály. Naměřené hodnoty tvrdosti jsou velmi přesné. Výhodou této metody je to, že výsledná hodnota tvrdosti nezávisí na zatěžovací síle, protože vtisky jsou pro různé síly geometricky přibližně stejné. [13]



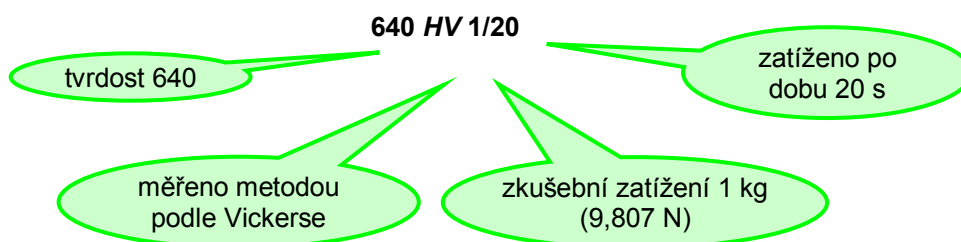
Obr. 9 – Princip Vickersovy metody měření tvrdosti [13]

α = vrcholový úhel vnikacího tělesa, F = zkušební zatížení v [N]

d = úhlopříčka vtisku v [mm], $d = (d_1 + d_2)/2$



Obr. 10 – Ukázka vtisku při zkoušce tvrdosti podle Vickerse [13]



Obr. 11 – Příklad zápisu měření tvrdosti podle Vickerse [13]

6.2 Tloušťka povlaku

Z hlediska praktické aplikace je volba tloušťky povlaku na břitech řezných nástrojů jednou z nejdůležitějších charakteristik. Ta může v konečném důsledku ovlivňovat jak trvanlivost nástroje, tak i řezné síly během obrábění. Zjednodušeně řečeno - tloušťka povlaku musí být opravdu "ušita na míru" předpokládanému použití obráběcího nástroje. [12]

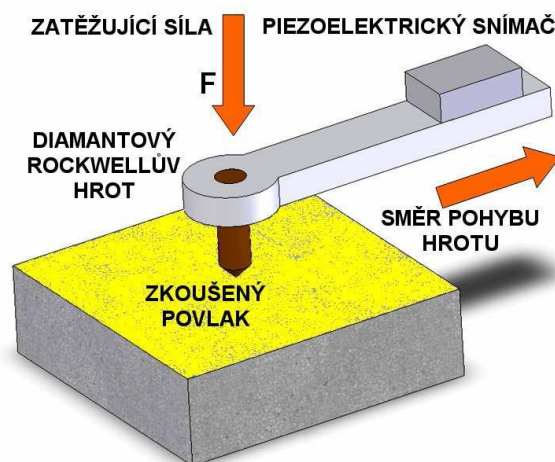
K přesnému určení tloušťky vrstvy se nejčastěji používá optický metalografický mikroskop či elektronový mikroskop. [12]

Pro analýzu tloušťky povlaku se používají zejména skenovací elektronové mikroskopy (SEM). Je to přístroj určený k pozorování povrchů nejrůznějších objektů. Je možné ho do jisté míry považovat za analogii světelného mikroskopu v dopadajícím světle. Na rozdíl od něho je výsledný obraz tvořen pomocí sekundárního signálu – odražených nebo sekundárních elektronů. Velkou předností SEM v porovnání se světelným mikroskopem je jeho velká hloubka ostrosti. [17]

6.3 Adheze povlaku

K maximálnímu využití povlaku dojde pouze v případě, kdy je perfektně zajištěna jeho přilnavost k nástroji. Dobrá adheze k substrátu je jedním z důležitých parametrů charakterizující vlastnosti celého systému. [12]

Pro vyhodnocování přilnavosti vrstvy k povlakovanému nástroji se používá tzv. **scratch test**. Princip spočívá v posouvání špičky diamantového Rockwellova hrotu po měřené vrstvě, přičemž zátěžná síla působící na hrot postupně roste (viz obr. 12). S ohledem na běžné velikosti přilnavosti se používá zátěžná síla v rozsahu 20-120 N. Při měření vrstvy je detekována akustická emise, která se mění při odtržení vrstvy, což koresponduje s určitou hodnotou v N. Tato kritická hodnota, při které dochází k odtržení vrstvy, se označuje jako adheze vrstvy. Navíc je možné provést závěrečnou kontrolu pomocí optického mikroskopu. Pomocí mikroskopu se určí na vzniklé dráze místo, kde došlo k odtržení vrstvy a je odečtena přesná hodnota adheze. [12]



Obr. 12 – Princip scratch testu [12]

6.4 Drsnost povlaku

Drsnost povlaku je souhrn nerovností s relativně malou vzdáleností, které nevyhnutelně vznikají při výrobě nebo jejími vlivy. Při měření drsnosti se neuvažují vady povrchu, tj. náhodné, ojediněle se vyskytující a nepravidelné nerovnosti (rysky, trhlinky, důlky apod.), které vznikají v důsledku vad materiálu, poškození aj. [12]

Zdrojem zvýšené drsnosti vrstev jsou makročástice, které vznikají během technologického procesu povlakování. Drsnost povlaku zvyšuje řezné síly, a tak dochází k tepelnému a mechanickému namáhání břitů nástrojů. [12]

6.5 Kluzné vlastnosti povlaku

Během obrábění dochází se stoupající teplotou ke zhoršování fyzikálních a chemických vlastností podkladového materiálu, čímž dochází ke „ztrátě“ mechanické energie. Snížením frikčních sil vlivem povlaku se výrazně omezuje tepelné zatížení nástroje. [12]

6.6 Odolnost povlaku vůči oxidaci

K opotřebení vrstvy dochází také oxidací. Je důležité rozlišovat, zda se jedná o oxidaci hloubkovou nebo povrchovou. Při povrchové oxidaci dochází k pasivaci povrchu, čímž se může vytvářet bariéra proti další oxidaci. Při hloubkové oxidaci dochází obvykle k destrukci vrstvy. Ta je provázána poklesem tvrdosti vrstvy, neboť se vytváří jiné typy

mřížových vazeb. Každá vrstva je charakterizována maximální teplotou použití, jejíž mez je dána právě odolností proti oxidaci. [12]

6.7 Tepelná stabilita povlaku

Povlak je termodynamicky nestabilní. Při zvýšení teploty vlivem obrábění může docházet ke změně vnitřní struktury, např. nárůstem krystalitů, přechodem k jinému krystalickému uspořádání, změnou vnitřního napětí apod. Tyto charakteristiky, které se navenek projevují změnou mechanických vlastností, se vyhodnocují spolehlivě pomocí transmisní elektronové mikroskopie (TEM). Takové analýzy jsou náročné na přístrojové vybavení a je možné je provádět jen na specializovaných pracovištích. [12]

6.8 Chemická stabilita povlaku

Popisuje odolnost vrstvy vůči chemické reakci s obráběným materiálem, zejména za vyšších teplot vznikajících během obrábění. Chemická stabilita vrstvy se může měnit s typem obráběného materiálu a s řeznými podmínkami. Klasickým případem je diamantová vrstva, jejíž chemická stabilita je naprosto nevyhovující při opracování ocelí a vynikající při obrábění neželezných materiálů. [12]

7. Opotřebení povlakovaných VBD při obrábění

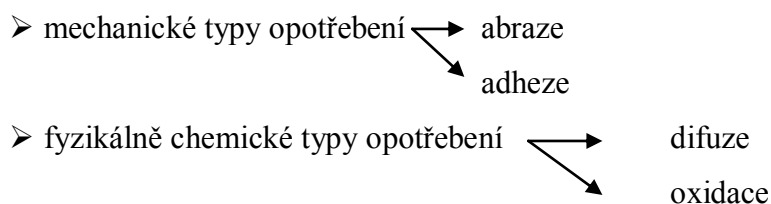
7.1. Mechanismy vzniku opotřebení

Z hlediska fyzikální podstaty je opotřebení břitu nástroje výsledkem celého komplexu jevů zahrnujících mechanické a fyzikálně chemické děje, které probíhají ve styčných plochách s obráběným materiálem a které se často prolínají a překrývají. [14]

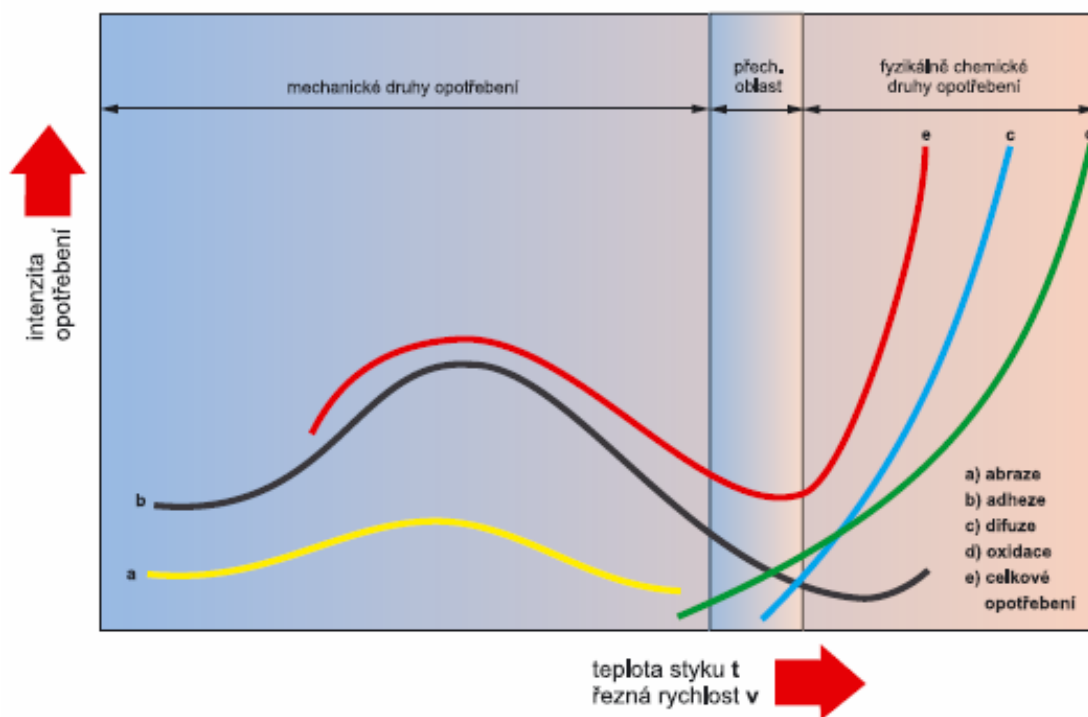
Při **mechanickém typu opotřebení** dochází k porušení povrchu VBD účinkem odcházející třísky, aniž by se změnilo chemické složení těchto povrchových vrstev. Naproti tomu při **fyzikálně chemickém typu opotřebení** se nejprve mění chemické složení povrchové vrstvy nástrojového materiálu v místě styku s třískou. Touto změnou se obvykle zhoršují mechanické vlastnosti povrchových vrstev nástrojového materiálu a tím i jejich odolnost proti opotřebení otěrem. V jiných případech dochází k přímému difuznímu rozpouštění strukturních složek nástrojového materiálu. [14]

Zatímco je intenzita mechanických typů opotřebení závislá na teplotě jen potud, pokud ovlivňuje poměr tvrdostí nástrojového materiálu a obráběného materiálu za podmínek, které existují ve styku, je fyzikálně chemické opotřebení závislé především na teplotě styku a na vzájemné chemické aktivitě obou materiálů prakticky bez ohledu na poměr tvrdostí. [14]

Děje, které bezprostředně vedou k opotřebení břitu, je možno rozdělit následujícím způsobem: [14]



Na celkovém opotřebení se nepodílejí všechny děje stejnou měrou, podle podmínek obrábění může převládat jeden či druhý děj. Rozhodujícím činitelem určujícím, který typ dějů v procesu opotřebení převládá, je teplota styku nástroje s obrobkem (viz obr. 13). [14]

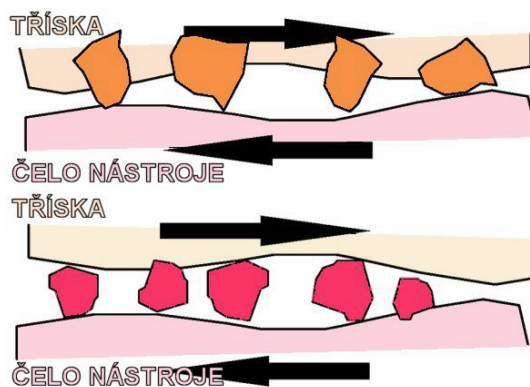


Obr. 13 – Schematické znázornění intenzity opotřebení řezného nástroje na teplotě obrábění [14]

Abraze

Vzniká jako důsledek brusného otěru tvrdých mikročástic z obráběného materiálu, nebo částic uvolněných z břitu nástroje. Tvrdými mikročásticemi mohou být karbidy, nitridy, oxidy a jejich směsi (viz obr. 14). [16]

Tento typ opotřebení závisí na celkové dráze nástroje vzhledem k obrobku, na tvaru, velikosti a četnosti výskytu abrazivních částic a jejich tvrdosti. [14]

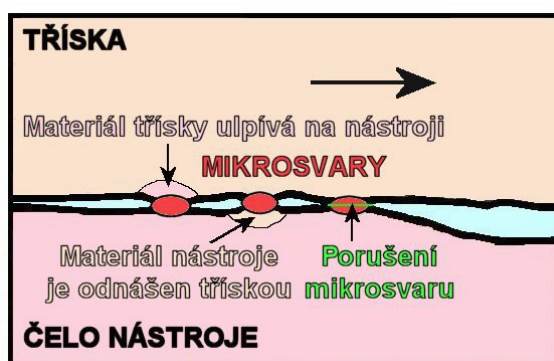


Obr. 14 – Schéma abraze [15]

Adheze

Jedná se o otěr účinkem adheze mezi čistými kovovými povrchy slinutého karbidu a obráběného materiálu, které přicházejí navzájem do styku na hřbetě i na čele. [14]

Dochází ke tvorbě mikrosvarových spojů vlivem vysokých tlaků, teplot, chemické příbuznosti materiálů a kovové čistoty styčných povrchů řezného nástroje a obráběného materiálu (viz obr. 15). Toto spojení trvá do okamžiku, kdy smykové napětí dosáhne meze pevnosti jednoho z materiálů. Poté nastane narušení spoje, následné vytržení části materiálu nástroje a jeho následné odnášení třískou. [15]

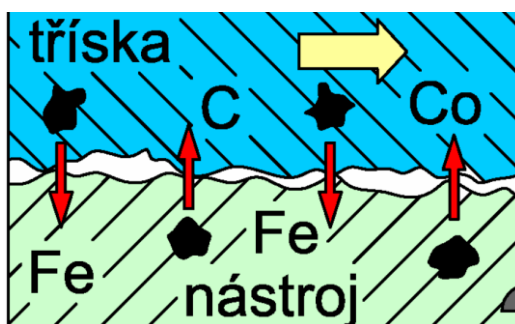


Obr. 15 – Schéma adheze [15]

Difuze

Atomy nástrojového materiálu a materiálu obrobku navzájem difundují a vytvářejí jednak tuhé roztoky a jednak chemické sloučeniny, jejichž vlastnosti jsou odlišné od vlastností výchozího materiálu nástroje (viz obr. 16). Tyto sloučeniny degradují vlastnosti řezného materiálu. [14]

Intenzita difuze závisí na teplotě, měrném tlaku, relativní rychlosti a čistotě stykových ploch. [16]



Obr. 16 – Schéma difuze [15]

Oxidace

Souvisí s teplotou v řezném procesu, kdy ve stykových místech řezu se vytváří oxidy, vlivem vzdušného kyslíku nebo řezným prostředím (viz obr. 17). Oxidace roste se zvyšující se teplotou. Záleží na druhu vzniklého oxidu, například W+Co vytváří porézní film oxidů, které jsou snadno odnášeny třískou. Naopak oxid hlinitý je oproti tomu tvrdý a pevný. Některé řezné nástrojové materiály jsou proto náchylnější k oxidačnímu opotřebení, než jiné. Speciálně v místě kontaktu bříty, kde končí šířka třísky, má vzduch přístup do řezného procesu. V tomto případě vznikají typické sekundární hřbetní rýhy (oxidační žlábký). [16]



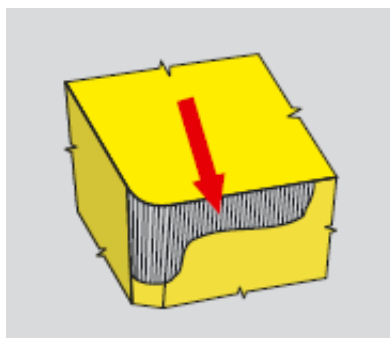
Obr. 17 – Schéma oxidace [15]

7.2 Typy opotřebení bříty VBD

V určitém konkrétním případě obrábění se vyskytne obvykle několik typů opotřebení současně, jejich růst s dobou obrábění však neprobíhá se stejnou intenzitou. Podle podmínek obrábění dosahuje obvykle jeden z existujících druhů opotřebení vyšší intenzity v porovnání s ostatními a stává se rozhodujícím pro otupení nástroje a tím i limituje jeho trvanlivost. [14]

Opotřebení hřbetu

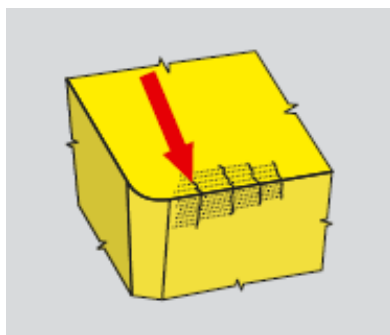
Opotřebení hřbetu je jedním z hlavních kritérií charakterizujících trvanlivost VBD. Patří mezi abrazivní formy opotřebení. Projevuje se úbytkem materiálu na hřbetní ploše bříty a poloměru špičky v důsledku styku s materiálem obrobku (viz obr. 18). Příliš velké opotřebení hřbetu má za následek zhoršení jakosti obrobeného povrchu, nepřesnost rozměrů, zvýšení vibrací, řezných sil a narůstající tření, které vzniká změnou geometrie bříty. [16]



Obr. 18 – Opotřebení hřbetu [14]

Hřebenové trhliny

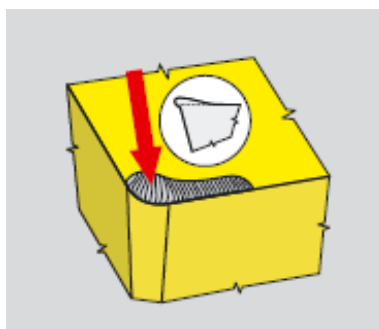
Vznikají jako forma únavového opotřebení zapříčiněná tepelnými šoky. Trhliny se tvoří kolmo na ostří a následně může docházet k vylamování ostří mezi jednotlivými trhlínami a vyvolat tak náhlý lom břitu (viz obr. 19). Příčiny vzniku trhlín jsou měnící se tloušťka třísky a přerušovaný řez. [16]



Obr. 19 – Hřebenové trhliny [14]

Tvorba nárůstků

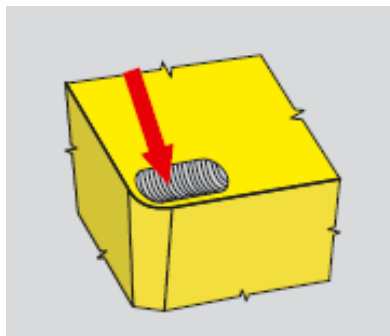
Tvorba nárůstku - jedná se o nalepování obráběného materiálu na břit nástroje. Nárůstek má charakter mikronávaru na břitu (viz obr. 20). Při jeho odtrhávání může dojít k porušení břitu nástroje. Dalším projevem je zhoršení jakosti obráběného povrchu. [14]



Obr. 20 – Tvorba nárůstků [14]

Výmol na čele

Vzniká v důsledku difuzního opotřebení a abraze. Žlábkový útvar vzniká částečně úbytkem materiálu nástroje vyvolaným abrazivním otěrem, ale hlavně difuzí v místě břitu s nejvyšší teplotou (viz obr. 21). Tvrdost za tepla a malá afinita mezi materiály obrobku a břitu nástroje snižuje tendenci vzniku této formy opotřebení. Výmol na čele břitu je výraznější u břitových destiček s rovným čelem. Při dlouhodobém působení abraze a difuze dochází k vytvoření žlábkovitého útvaru, viz následující obrázek, který může změnit geometrii břitu a tak ovlivnit utváření třísky. [16]

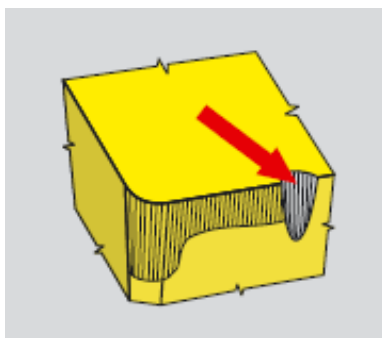


Obr. 21 – Výmol na čele [14]

Vrubové opotřebení na hlavním břitu

Vzniká v oblasti kontaktu břitu s bokem třísky. Toto opotřebení se omezuje přesně na místo, kudy proniká vzduch do oblasti obrábění. Primární hřbetní rýha patří k typickým adhezním opotřebením, může však stejně souviset s jevem oxidačního opotřebení (viz obr. 22). [16]

Tento typ opotřebení se vyskytuje zejména u nerezavějících austenitických ocelí a u operací charakterizovaných kolísáním hloubky řezu. [14]

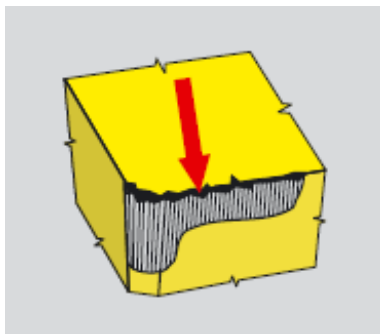


Obr. 22 – Vrubové opotřebení na hlavním břitu [14]

Křehké porušování řezné hrany

Jedná se o formu opotřebení, při níž se břit vyštipuje (viz obr. 23). Toto opotřebení je způsobeno špičkami zatížení a vede k tomu, že drobné částčky řezného materiálu se začínou oddělovat z povrchu břitu. [16]

Ve většině případů se vyskytuje v kombinaci s jiným typem opotřebení, je samostatně obtížně identifikovatelné. [14]

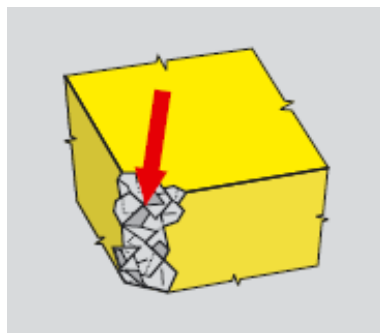


Obr. 23 – Křehké porušování řezné hrany [14]

Destrukce břitu (špičky nástroje)

Příčiny tohoto jevu mohou být různé a jsou závislé na materiálu nástroje i materiálu obrobku, stavu a zejména tuhosti soustavy stroj-nástroj-obrobek, vliv má i velikost a typ opotřebení a záběrové podmínky (viz obr. 24). [14]

Může jít o důsledek vysokého mechanického zatížení nebo krátkodobého přetížení břitu (překročení meze pevnosti řezného materiálu). [16]



Obr. 24 – Destrukce břitu (špičky nástroje) [14]

8. Experimentální část

Experimentální část diplomové práce je zaměřena na studii CVD povlaků aplikovaných na vyměnitelných břitových destičkách ze slinutého karbidu. Experimentální část, včetně veškerých měření, byla provedena na zařízeních firmy Pramet Tools, s.r.o.

Byly provedeny zkoušky tloušťky povlaku, tvrdosti povlaku, adheze povlaku a zkoušky teplotních trhlin. Pro zkoušky tloušťky, tvrdosti a adheze povlaku byly použity VBD typu SNMA 120408 (viz obr. 25), které se používají při soustružení. Jsou vhodné k provádění zkoušek k určení vlastností povlaku. Důvodem použití těchto VBD byl jejich negativní hřbet, který umožňuje lepší upnutí do měřicích přístrojů.



Obr. 25 – vybrané vzorky VBD typu SNMA 120408

Pro zkoušku teplotních trhlin při frézování byly použity VBD typu SPKN 1203EDER (viz obr. 26). K provádění zkoušek teplotních trhlin bylo vybráno frézování z důvodu požadavku firmy Pramet Tools, s.r.o.



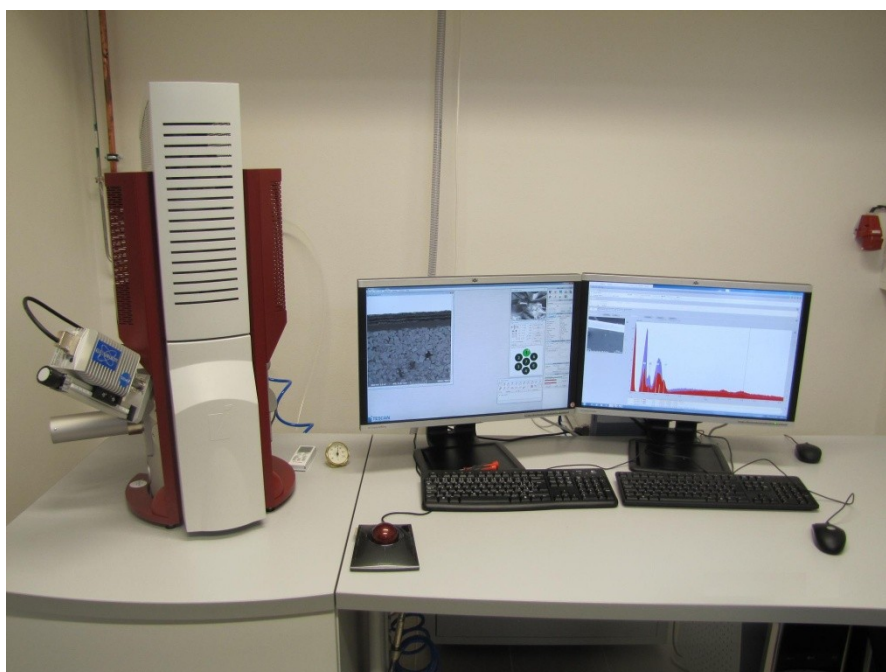
Obr. 26 – vybrané vzorky VBD typu SPKN 1203EDER

U obou typů VBD byl použit stejný substrát i povlak – byly povlakovány ve stejném povlakovacím procesu.

Substrát vybraných VBD je tvořen ze středojemnozrnného karbidu wolframu s malým obsahem kubických karbidů obsahujících tantal a niob (1,5 %) a s relativně vysokým obsahem kobaltové pojící fáze (10,2 %). Tvrdost substrátu je 1230 HV 30/10.

8.1 Složení povlaků na vybraných vzorcích VBD

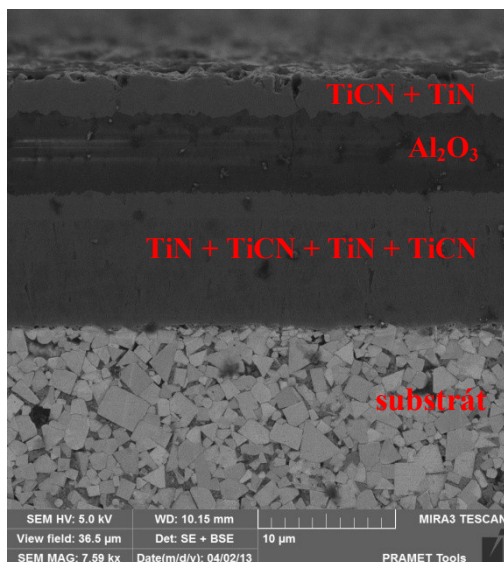
Fotografie složení vrstev povlaků byly pořízeny na skenovacím elektronovém mikroskopu (SEM) MIRA3 LMH firmy Tescan (viz obr. 27). Mikroskop je vybaven autoemisní katodou určenou pro snímání preparátů ve vysokém rozlišení. Ke snímání bylo použito zvětšení 7590, při pracovní vzdálenosti přibližně 10 mm a urychlovacím napětí svazku 5 kV. Obraz byl detekován pomocí detektoru sekundárních elektronů a detektoru odražených elektronů.



Obr. 27 – Skenovací elektronový mikroskop MIRA3 LMH

Vzorek č. 1

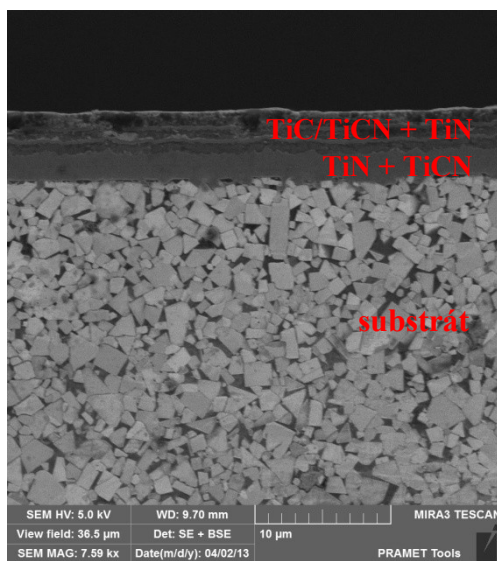
Při povlakovacím procesu byly na substrát vzorku č. 1 nanесeny tři různé testované vrstvy povlaků. První vrstva byla složena z vrstvy povlaků TiN + TiCN + TiN + TiCN. Druhá testovaná vrstva byla tvořena z jediného povlaku Al_2O_3 a třetí vrstva opět ze dvou povlaků TiCN + TiN (viz obr. 28).



Obr. 28 – Struktura vzorku č. 1 ze SEM

Vzorek č. 2

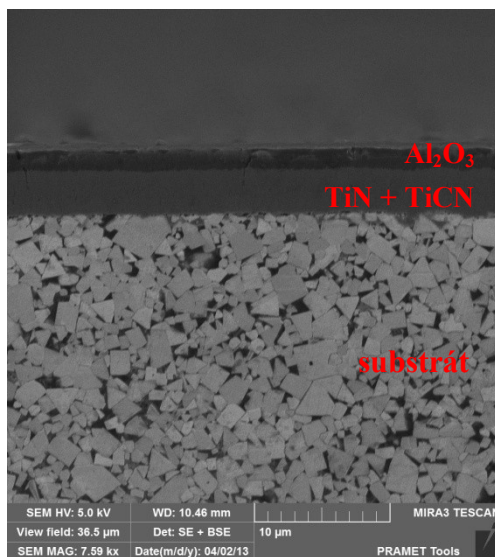
Povlak vzorku č. 2 byl tvořen dvěma vrstvami povlaků. První testovaná vrstva povlaku vzorku byla složena z kombinace povlaků TiN + TiCN a druhá sledovaná vrstva z povlaků TiC/TiCN + TiN (viz obr. 29).



Obr. 29 – Struktura vzorku č. 2 ze SEM

Vzorek č. 3

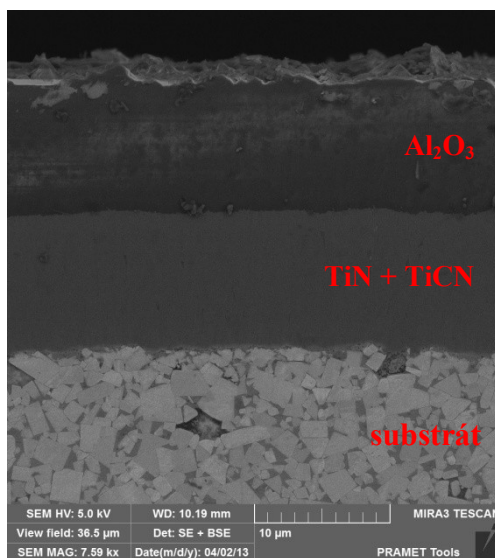
U povlaku vzorku č. 3 byly testovány dvě vrstvy povlaků. První vrstva byla tvořena z povlaků TiN + TiCN a druhá testovaná vrstva z jediného povlaku Al_2O_3 (viz obr. 30).



Obr. 30 – Struktura vzorku č. 3 ze SEM

Vzorek č. 4

Povlak vzorku č. 4 tvořily dvě vrstvy povlaků. První testovanou vrstvu tvořila silná vrstva povlaků TiN + TiCN a druhá zkoušená vrstva byla složena ze silného povlaku Al_2O_3 (viz obr. 31).



Obr. 31 – Struktura vzorku č. 4 ze SEM

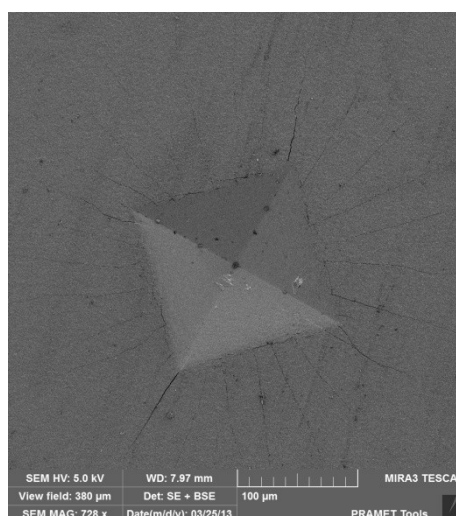
8.2 Zkoušení vlastností povlaků

8.2.1 Tvrdost povlaků

Tvrdost povlaků byla měřena na tvrdoměru firmy Frank (viz obr. 32) s diamantovým tělesem ve tvaru pravidelného čtyřbokého jehlanu se čtvercovou základnou a vrcholovým úhlem 136° , při zatížení 30 kg (294,21 N) a délce vtisku 10 s (viz obr. 33). Všechny vzorky byly měřeny třikrát na třech různých místech čela VBD.



Obr. 32 – Tvrdoměr firmy Frank



Obr. 33 – Ukázkový vtisk – vzorek č. 2

Vztah pro výpočet tvrdosti podle Vickerse [13]:

$$HV = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} = 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2}$$

HV ... tvrdost podle Vickerse

F zkušební zatížení v [N]

α vrcholový úhel vnikacího tělesa (jehlanu)

d úhlopříčka vtisku, $d = \frac{d_1 + d_2}{2}$

Výsledky měření:

Vzorek č. 1:

Číslo měření	d [mm]	Tvrdost HV
1.	0,1453	2635 HV 30/10
2.	0,1452	2639 HV 30/10
3.	0,1441	2679 HV 30/10

Průměrná hodnota tvrdosti vzorku č. 1 byla 2651 HV 30/10.

Vzorek č. 2:

Číslo měření	d [mm]	Tvrdost HV
1.	0,1355	3030 HV 30/10
2.	0,1353	3039 HV 30/10
3.	0,1360	3008 HV 30/10

Průměrná hodnota tvrdosti vzorku č. 2 byla 3026 HV 30/10.

Vzorek č. 3:

Číslo měření	d [mm]	Tvrdost HV
1.	0,1382	2913 HV 30/10
2.	0,1372	2956 HV 30/10
3.	0,1368	2973 HV 30/10

Průměrná hodnota tvrdosti vzorku č. 3 byla 2947 HV 30/10.

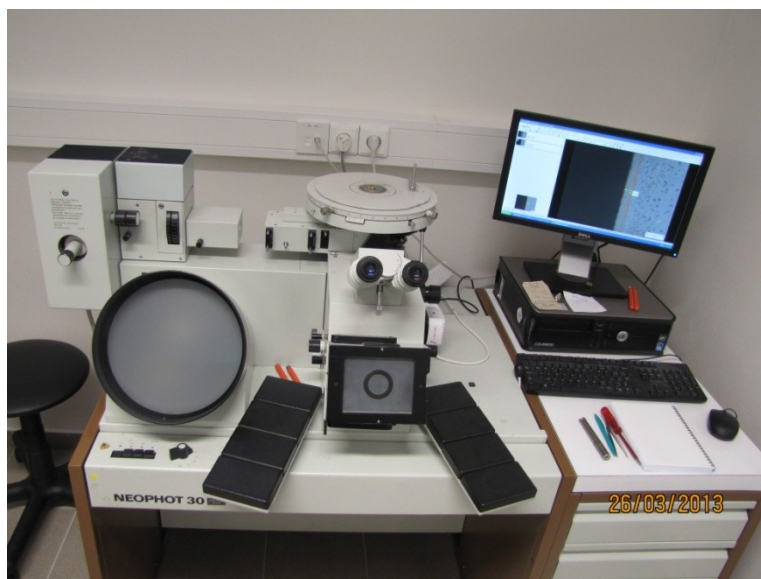
Vzorek č. 4:

Číslo měření	d [mm]	Tvrdost HV
1.	0,1317	3208 HV 30/10
2.	0,1318	3202 HV 30/10
3.	0,1313	3227 HV 30/10

Průměrná hodnota tvrdosti vzorku č. 4 byla 3212 HV 30/10.

8.2.2 Tloušťka povlaků

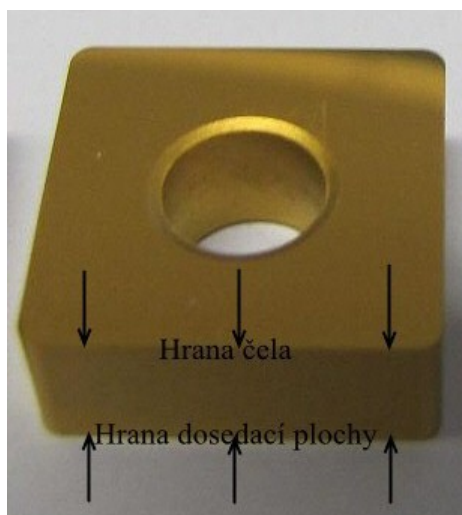
Tloušťka povlaků byla měřena optickým mikroskopem Neophot 30 při zvětšení 1000 x (viz obr. 34).



Obr. 34 – Optický mikroskop Neophot 30

Vzorky byly nejprve broušeny na diamantovém kotouči o zrnitosti 250 μm při otáčkách 200 rpm s přtlakem 70 bar po dobu 3 min. Poté byly vzorky broušeny na litinovém kotouči s diamantovým práškem o zrnitosti 15 μm a s petrolejem při otáčkách 400 rpm s přtlakem 70 bar po dobu 10 min. Dále byly vzorky leštěny na leštičce PHOENIX 4000 na kotouči TexMet s diamantovým práškem o zrnitosti 7 μm při otáčkách 400 rpm s přtlakem 70 bar po dobu 10 min. Nakonec byly vzorky doleštěny do zrcadlového lesku na kotouči TexMet s diamantovým práškem o zrnitosti 1 μm při otáčkách 400 rpm s přtlakem 70 bar po dobu 10 min. Při všech krocích byly vzorky chlazeny vodou. Mezi jednotlivými kroky byly vzorky očištěny kartáčem a omyty horkou vodou. Po posledním kroku byly destičky očištěny benzínem.

Vzorky byly měřeny na třech místech na hraně čela VBD a na třech místech na dosedací ploše VBD – viz obr. 35:



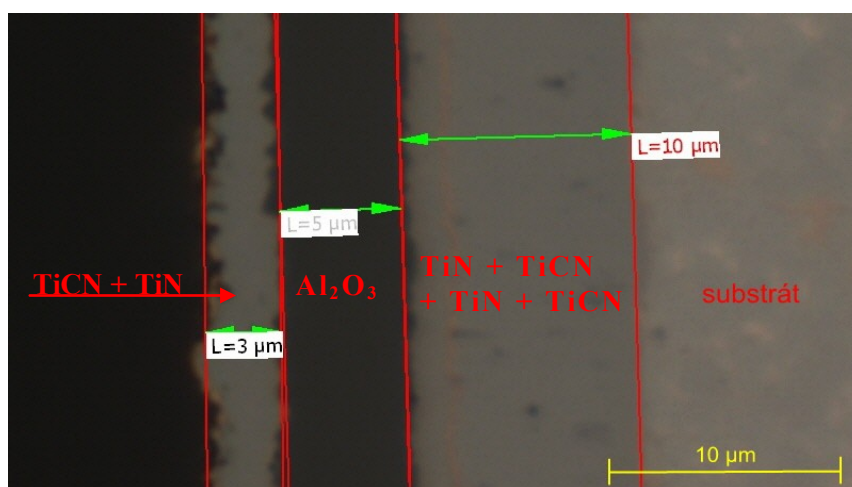
Obr. 35 – Místa, na kterých byly měřena tloušťka povlaku

Výsledky měření:

Vzorek č. 1:

Pořadí vrstvy povlaku	Hodnoty na hraně čela v μm			Hodnoty na hraně dosedací plochy v μm		
	levý okraj	střed	pravý okraj	levý okraj	střed	pravý okraj
První	9,7	10,1	9,8	9,7	9,8	9,8
Druhá	5,3	5,2	5,4	5,4	5,3	5,4
Třetí	2,8	3,1	3,2	3,0	3,1	3,2

První měřená vrstva povlaku tvořená z povlaků TiN + TiCN + TiN + TiCN měla průměrnou tloušťku 10 μm , druhá měřená vrstva povlaku typu Al_2O_3 měla průměrnou tloušťku 5 μm a průměrná tloušťka třetí vrstvy povlaku složená z TiCN + TiN byla 3 μm (viz obr. 35).

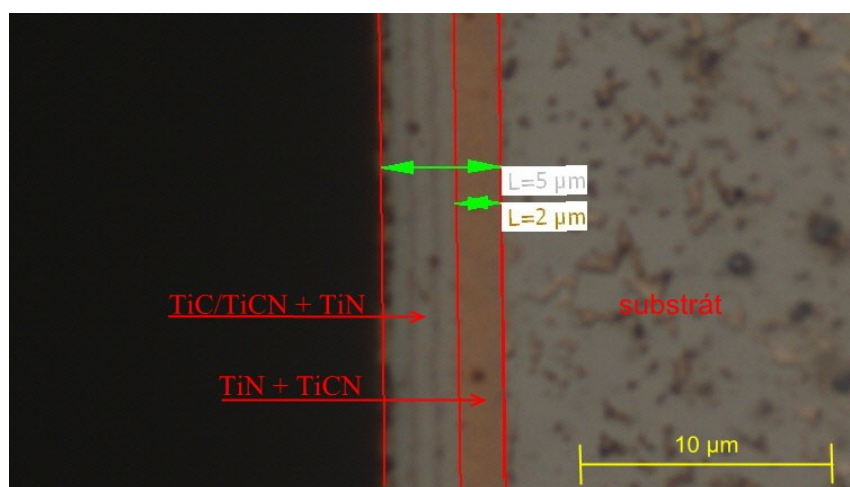


Obr. 35 – Průměrné naměřené hodnoty tloušťky povlaku u vzorku č. 1

Vzorek č. 2:

Pořadí vrstvy povlaku	Hodnoty na hraně čela v μm			Hodnoty na hraně dosedací plochy v μm		
	levý okraj	střed	pravý okraj	levý okraj	střed	pravý okraj
První	2,1	1,9	2,1	2,1	2,1	1,9
Druhá	2,9	3,2	2,9	3,1	3,0	3,1

Průměrná celková tloušťka povlaku byla 5 μm . První měřená vrstva složená z povlaků TiN + TiCN měla průměrnou tloušťku 2 μm a druhá vrstva z povlaků TiC/TiCN + TiN měla průměrnou tloušťku 3 μm (viz obr. 36).

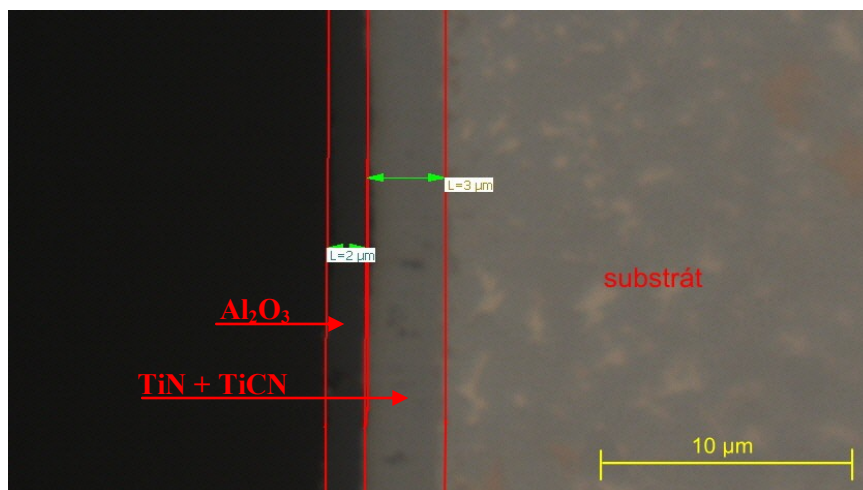


Obr. 36 – Průměrné naměřené hodnoty tloušťky povlaku u vzorku č. 2

Vzorek č. 3

Pořadí vrstvy povlaku	Hodnoty na hraně čela v μm			Hodnoty na hraně dosedací plochy v μm		
	levý okraj	střed	pravý okraj	levý okraj	střed	pravý okraj
První	3,3	3,1	3,2	3,2	2,9	3,1
Druhá	1,8	2,2	2,1	1,9	2,3	2,0

Průměrná tloušťka první vrstvy složená z povlaků TiN + TiCN u vzorku č. 3 byla 3 μm a průměrná tloušťka druhé vrstvy povlaku typu Al_2O_3 byla 2 μm (viz obr. 37).

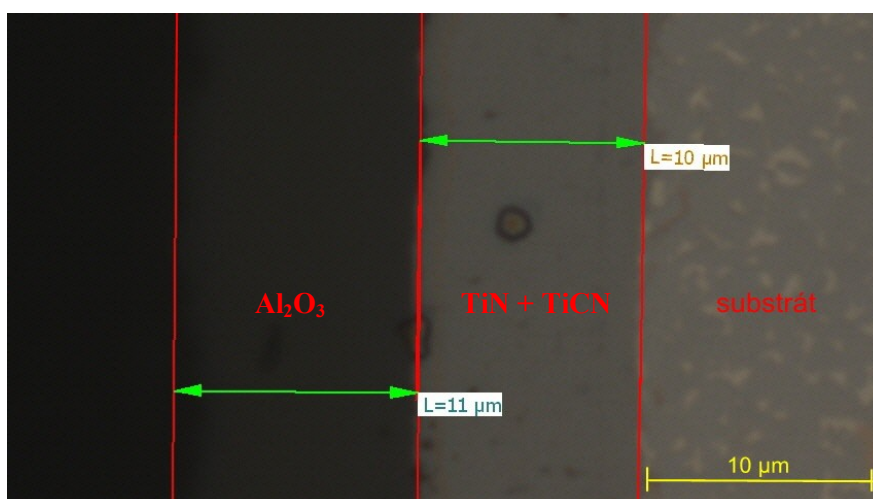


Obr. 37 – Průměrné naměřené hodnoty tloušťky povlaku u vzorku č. 3

Vzorek č. 4

Pořadí vrstvy povlaku	Hodnoty na hraně čela v μm			Hodnoty na hraně dosedací plochy v μm		
	levý okraj	střed	pravý okraj	levý okraj	střed	pravý okraj
První	9,8	9,8	9,9	9,8	9,8	10,0
Druhá	10,8	10,9	10,8	10,9	10,8	10,8

První vrstva povlaku složeného z TiN + TiCN měla průměrnou tloušťku 10 μm a u druhé vrstvy povlaku z Al_2O_3 byla naměřená průměrná tloušťka 11 μm (viz obr. 38).



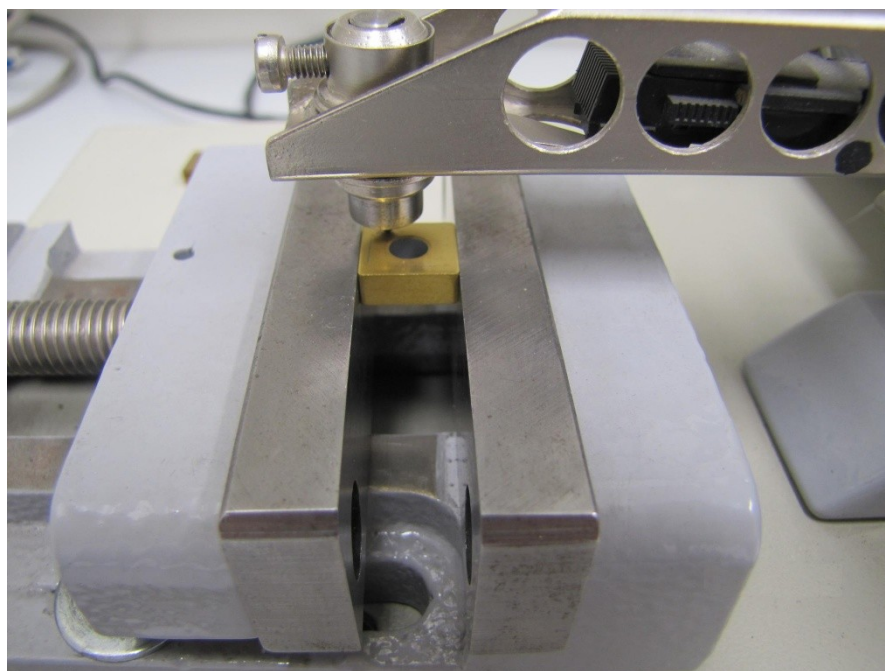
Obr. 38 – Průměrné naměřené hodnoty tloušťky povlaku u vzorku č. 4

8.2.3 Adheze povlaků

Pro zjištění adheze by proveden scratch test na scratch testeru firmy MEZ Náchod (viz obr. 38 a 39) při zátěžné síle 10-80 N.



Obr. 38 – Scratch tester firmy MEZ Náchod

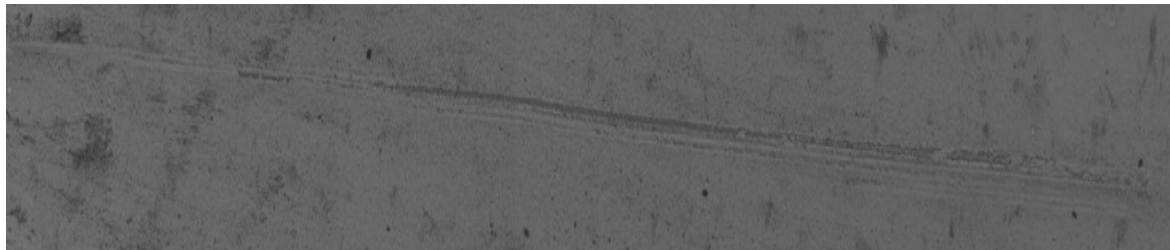


Obr. 39 – Upnutí destičky do scratch testeru

Výsledky měření:

Vzorek č. 1:

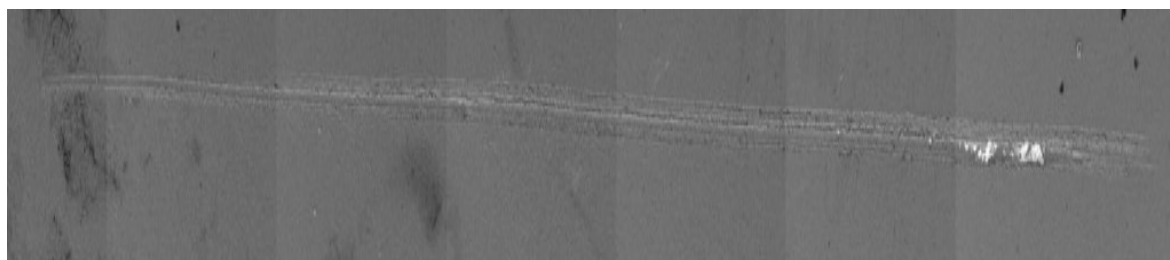
U vzorku č. 1 nedošlo v průběhu zkoušky k žádnému odtržení vrstvy povlaku – viz obr. 40.



Obr. 40 – Výsledek scratch testu u vzorku č. 1

Vzorek č. 2:

U vzorku č. 2 došlo na konci zkoušky při maximální zátěžné síle k odtržení povlaku – viz obr. 41.



Obr. 41 – Výsledek scratch testu u vzorku č. 2

Vzorek č. 3:

Na začátku testu vzorku č. 3 byla narušena vrstva povlaku. Toto narušení se dále prohlubovalo a na konci měření při maximální zátěžné síle byl povlak úplně odtržen, v celé šířce vrypu – viz obr. 42.



Obr. 42 – Výsledek scratch testu u vzorku č. 3

Vzorek č. 4:

U vzorku č. 4 nedošlo při měření k odtržení povlaku, jen k narušení vrstvy povlaku – viz obr. 43.



Obr. 43 – Výsledek scratch testu u vzorku č. 4

8.2.4 Zkoušky teplotních trhlin

Zkoušky byly prováděny na frézce MCV 1270 (viz obr. 44), na konstrukční nelegované oceli 12050.1 o tvrdosti 180 - 190HB a rozměrech 330mm x 200mm. Bylo prováděno nesousledné rovinné frézování. Řezná kapalina byla při chlazení směřována na výstup VBD z materiálu (viz obr. 45).

Zkoušky teplotních trhlin probíhaly ve dvou částech. V první části byly hodnoceny teplotní trhliny na povlakovaných VBD po jednom průjezdu frézy a ve druhé části po dvou průjezdech frézy. U první části probíhalo frézování 2,5 min. a u druhé části 5 min.

Další podmínky při frézování:

Úhel nastavení $\chi = 75^\circ$

Řezná rychlost $v_c = 420$ m/min

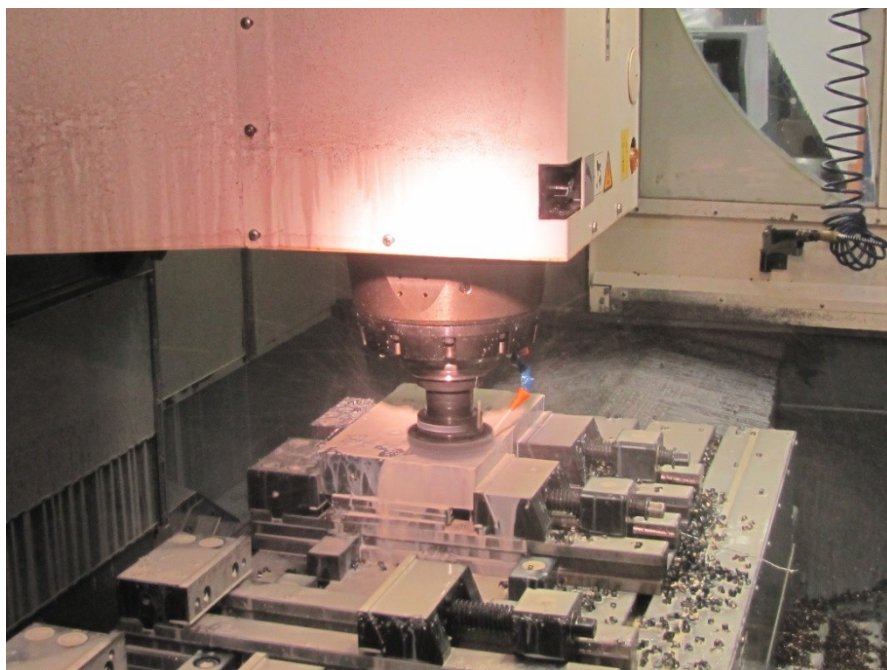
Otáčky = 1319 ot/min

Posuv na zub $f_z = 0,1$ mm/z

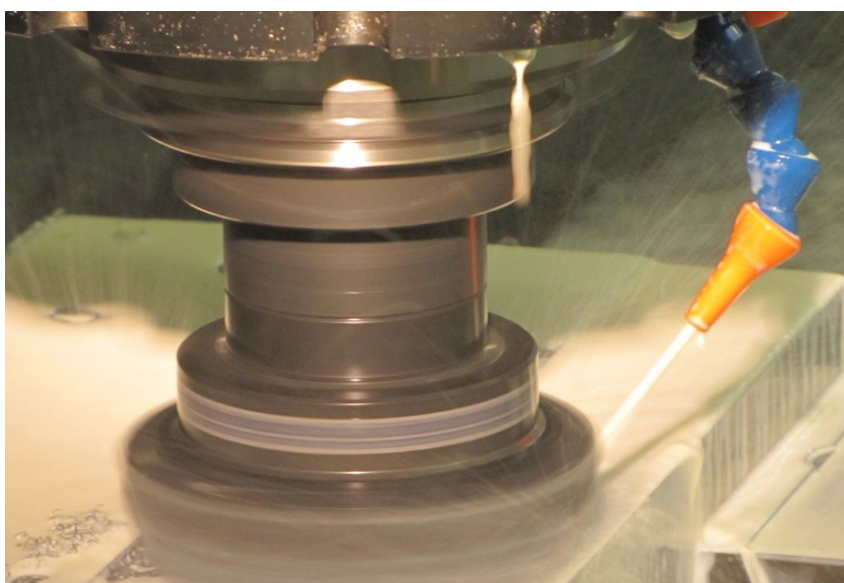
Hloubka záběru třísky $a_p = 2,5$ mm

Rázů na 1 zub pro jeden průjezd = 3300

Rázů na 1 zub pro dva průjezdy = 6600



Obr. 44 – Frézka MCV 1270

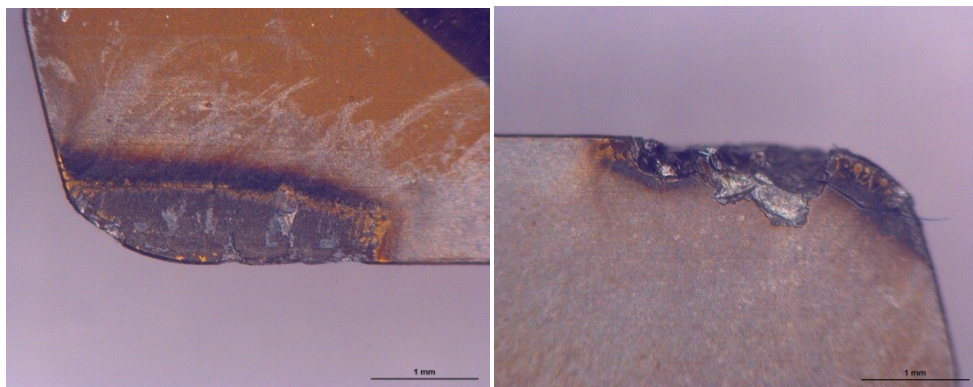


Obr. 45 – Detail frézování

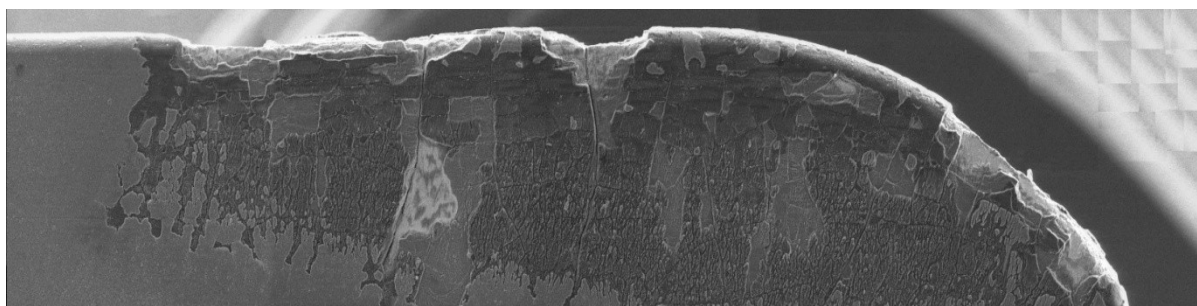
Výsledky zkoušek:

Vzorek č. 1:

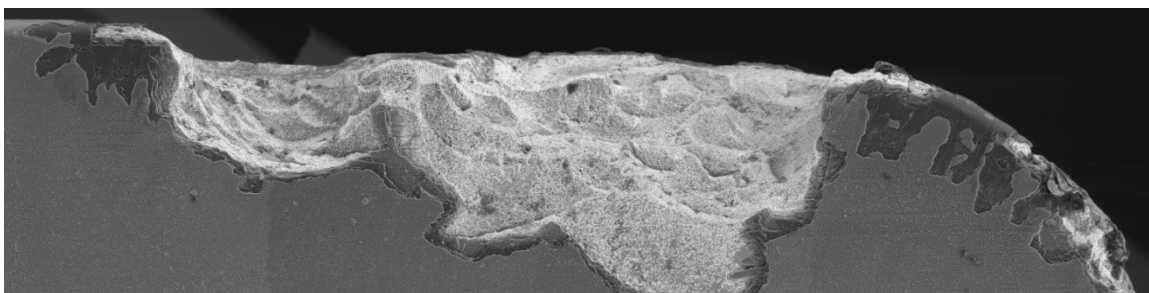
U vzorku č. 1 dochází po 2,5 min. v řezu k opotřebení břitu destičky, začínají se tvořit teplotní trhliny, podél nichž se místy povlak odlupuje. S rostoucím časem v záběru se zřejmě teplotní trhliny natolik prohlubují a rozšiřují, že po dvou průjezdech, po 5 minutách v řezu, dochází k destrukci břitu, k vyštípnutí části čela, jak je vidět na obr. 46, 47 a 48.



Obr. 46 – Čelo VBD vzorku č. 1 po 2,5 min. a po 5 min. frézování



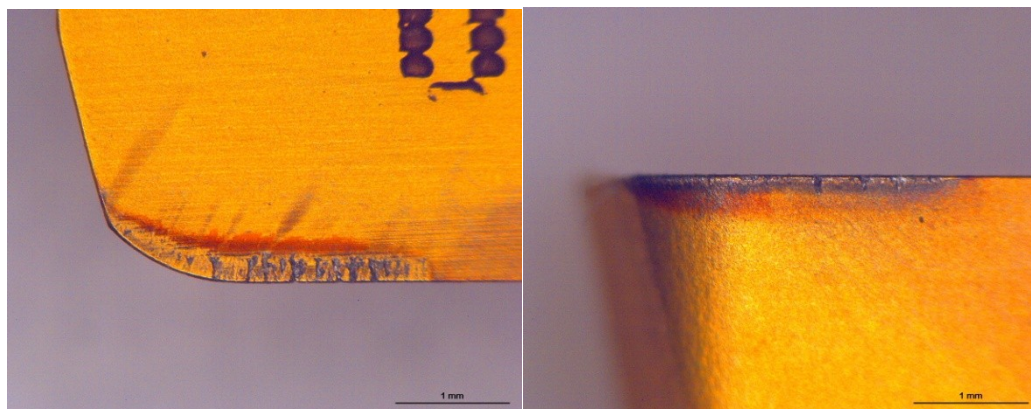
Obr. 47 – SEM - čelo VBD vzorku č. 1 po 2,5 min. frézování (zvětšeno 260 x)



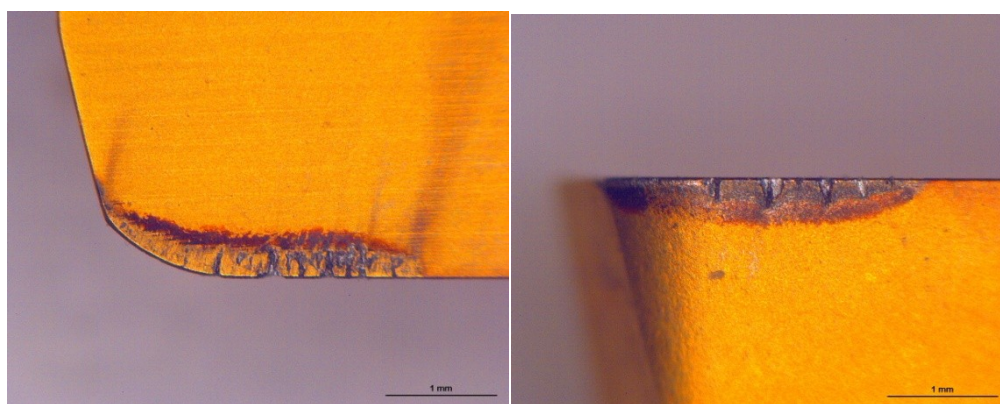
Obr. 48 – SEM – čelo VBD vzorku č. 1 po 5 min. frézování (zvětšeno 260 x)

Vzorek č. 2:

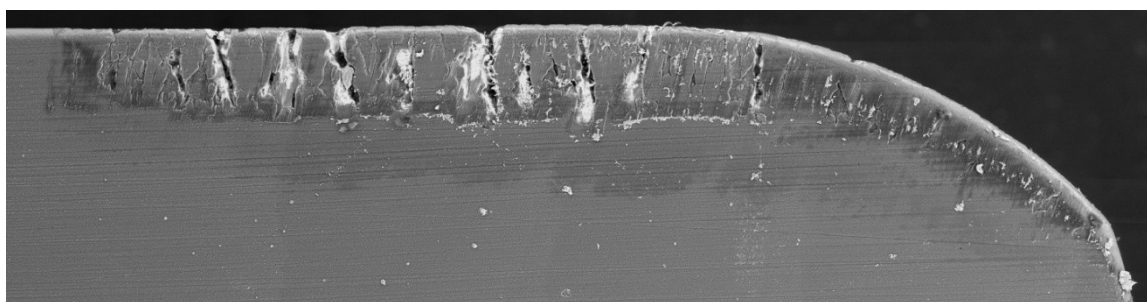
U vzorku č. 2 se po 2,5 min. v řezu začínají tvořit ve větším množství hřebenové trhliny (viz obr. 49 a 51). S rostoucím časem po 5 min. v řezu se teplotní trhliny prohlubují a rozšiřují (viz obr. 50 a 52).



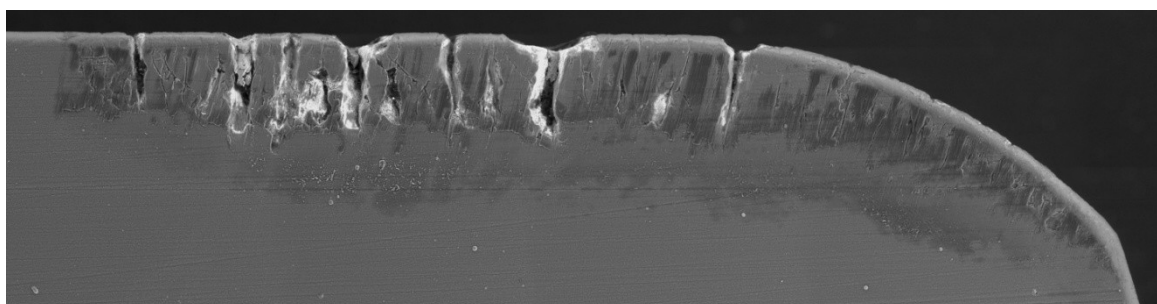
Obr. 49 – Čelo a hřbet VBD vzorku č. 2 po 2,5 min. frézování



Obr. 50 – Čelo a hřbet VBD vzorku č. 2 po 5 min. frézování



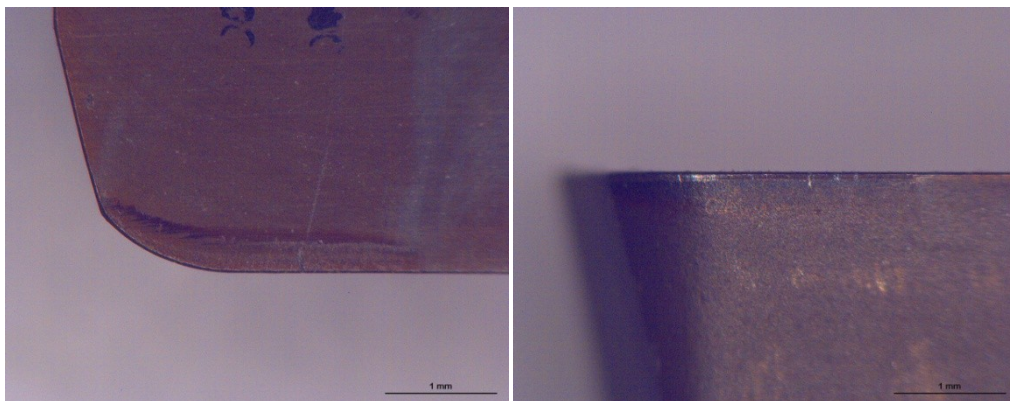
Obr. 51 – SEM – čelo VBD vzorku č. 2 po 2,5 min. frézování (zvětšeno 260 x)



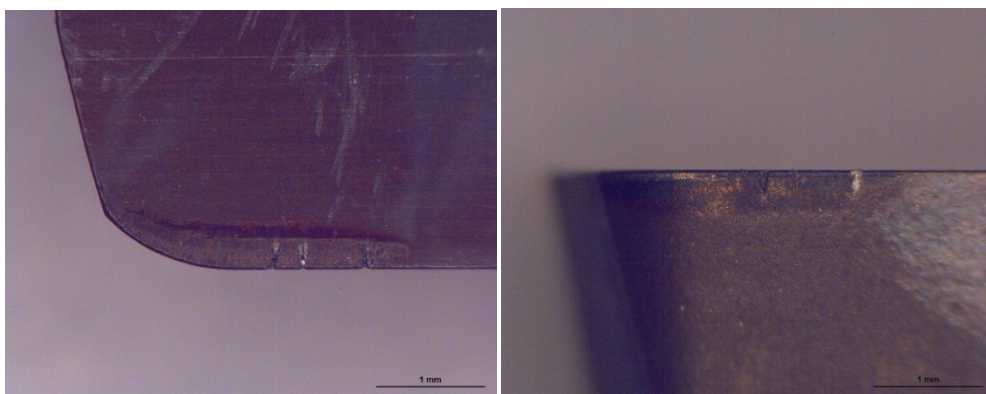
Obr. 52 – SEM – čelo VBD vzorku č. 2 po 5 min. frézování (zvětšeno 260 x)

Vzorek č. 3:

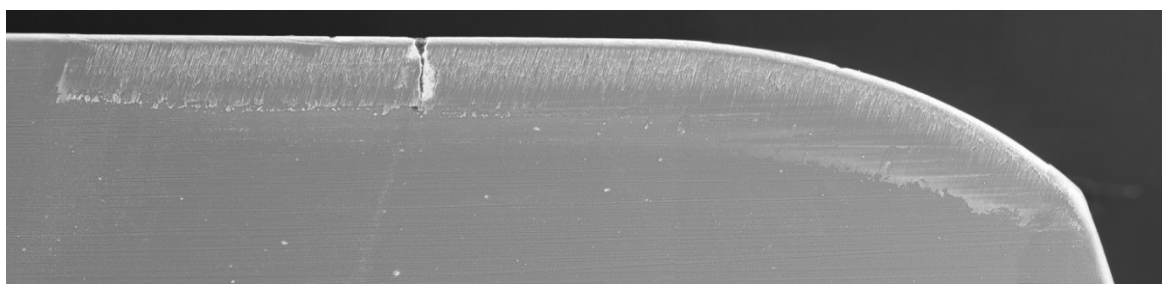
U vzorku č. 3 se po 2,5 min. v řezu vytvořila jedna teplotní trhlina, jinak nedošlo k výraznému opotřebení VBD (viz obr. 53 a 55). Po 5 min. v záběru dochází ke křehkému porušení VBD - vytvoření většího počtu malých teplotních trhlin (viz obr. 54 a 56).



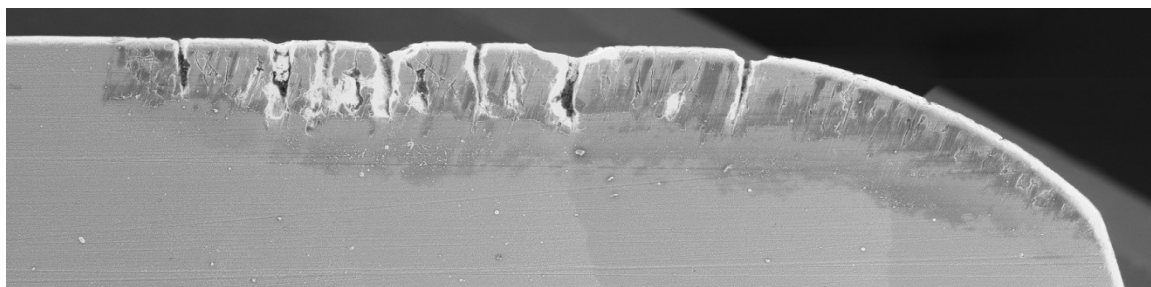
Obr. 53 – Čelo a hřbet VBD vzorku č. 3 po 2,5 min. frézování



Obr. 54 – Čelo a hřbet VBD vzorku č. 3 po 5 min. frézování



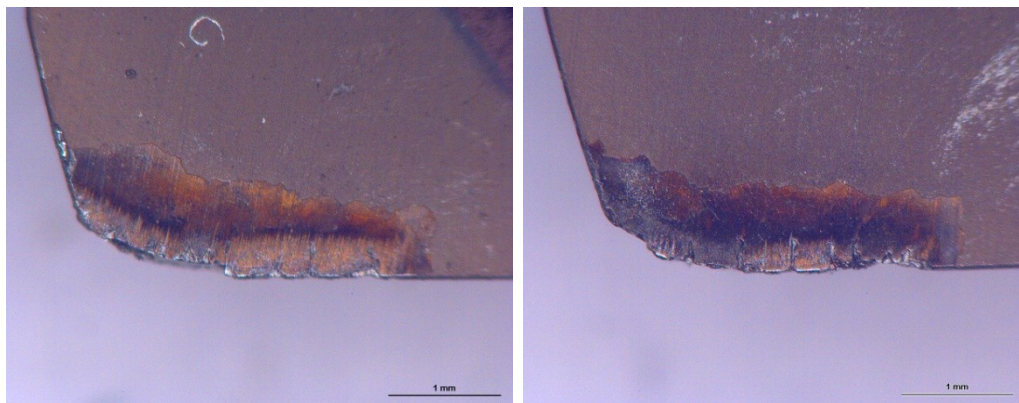
Obr. 55 – SEM – čelo VBD vzorku č. 3 po 2,5 min. frézování (zvětšeno 260 x)



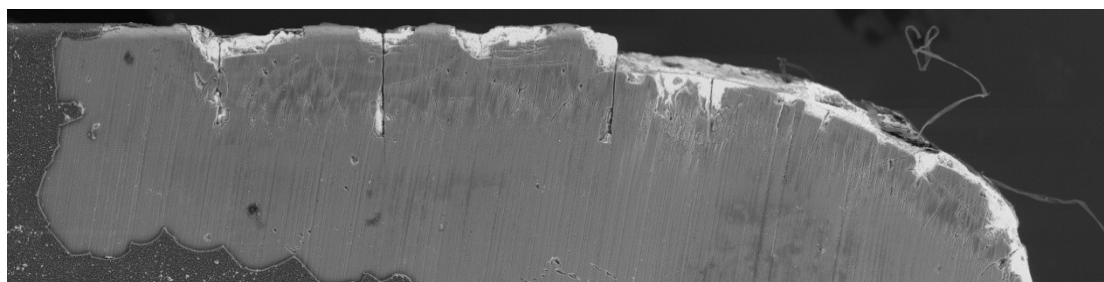
Obr. 56 – SEM – čelo VBD vzorku č. 3 po 5 min. frézování (zvětšeno 260 x)

Vzorek č. 4:

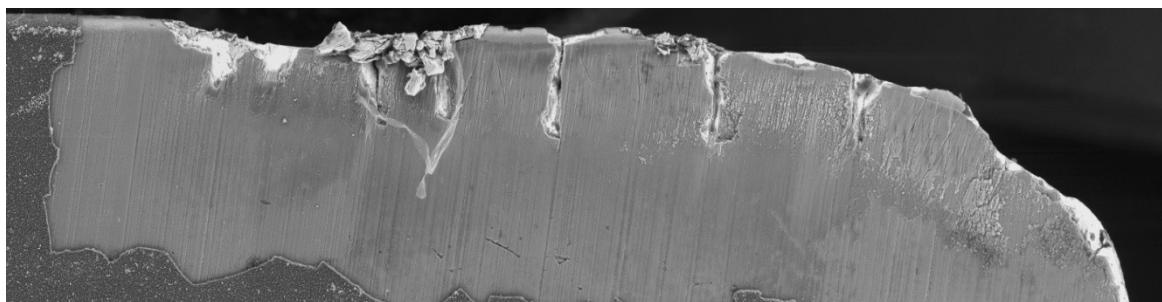
Po 2,5 min. v řezu dochází u vzorku č. 4 ke tvorbě několika teplotních trhlin a odloupení vrchní vrstvy povlaku. (viz obr. 57 a 58). S rostoucím časem v záběru, po 5 min. v řezu se teplotní trhliny prohlubují, dochází k ulpívání částí materiálu na nástroji a začíná destrukce čela VBD (viz obr. 57 a 59).



Obr. 57 – Čelo VBD vzorku č. 4 po 2,5 min. a po 5 min. frézování



Obr. 58 – SEM – čelo VBD vzorku č. 4 po 2,5 min. frézování (zvětšeno 260 x)



Obr. 59 – SEM – čelo VBD vzorku č. 4 po 5 min. frézování (zvětšeno 260 x)

9. Vyhodnocení měření

V experimentální části byly prováděny čtyři měření – měření tvrdosti povlaků, tloušťky povlaků, adheze povlaků a teplotních trhlin.

Byly vybrány čtyři různé druhy CVD povlaků složených z TiN, TiC, TiCN, Al₂O₃ o různých vrstvách a tloušťkách.

Z vyhodnocení zkoušky **tvrdosti** povlaku lze konstatovat, že povlakované VBD mají více než dvojnásobnou tvrdost oproti nepovlakované VBD se shodným typem substrátu. Substrát VBD měl tvrdost 1230 HV 30/10. Nejvyšší průměrnou hodnotu tvrdosti vykazoval vzorek č. 4 s tvrdostí 3212 HV 30/10, naopak nejnižší tvrdost měl vzorek č. 1, u kterého byla naměřena průměrná hodnota tvrdosti 2651 HV 30/10.

U všech čtyř vzorků byla měřena **tloušťka povlaků** na třech místech na hraně čela a na třech místech na hraně dosedací plochy. U vzorku č. 1 s celkovou tloušťkou povlaku 18 μm kolísala tloušťka všech tří měřených vrstev povlaků v rozmezí 0,4 μm. U vzorku č. 2 s celkovou tloušťkou povlaku 5 μm se pohyboval naměřený rozdíl v hodnotách tloušťky – u první vrstvy v rozpětí 0,2 μm a u druhé vrstvy v rozpětí 0,3 μm. U vzorku č. 3 s celkovou tloušťkou povlaku 5 μm se u první vrstvy pohybovaly naměřené rozdíly v tloušťce v rozmezí 0,4 μm a u druhé vrstvy 0,5 μm. U vzorku č. 4, který měl celkovou tloušťku povlaku 21 μm, kolísaly naměřené hodnoty první vrstvy v rozmezí 0,2 μm a druhé vrstvy v rozmezí 0,1 μm. Z uvedeného vyplývá, že u všech sledovaných vzorků byla tloušťka jednotlivých vrstev povlaků téměř rovnoměrná bez výrazných odchylek.

Nejlepší hodnotu **adheze** zaznamenal vzorek č. 1 a druhý nejlepší byl vzorek č. 4. U obou dvou se jednalo o vzorky s vysokou tloušťkou povlaku. Při měření u nich došlo jen k mírnému narušení vrstvy povlaku. U zbývajících dvou vzorků došlo k narušení vrstvy povlaku a následnému odtržení povlaku ve větší či menší míře. Nejhorší při měření adheze dopadl vzorek č. 3, u kterého došlo již na začátku měření k narušení vrstvy. Toto narušení se dále prohlubovalo a na konci měření při maximální zátěžné síle byl povlak úplně odtržen, v celé šířce vrypu.

Při zkoušce **teplotních trhlin** byl vyhodnocen jako nejlepší vzorek č. 3. Po 2,5 min. v řezu u něj byla zaznamenána jedna malá teplotní trhlina a po 5 min. v řezu došlo k vytvoření většího počtu malých teplotních trhlin. Naopak nejhorší byl vyhodnocen vzorek č. 1, kdy již po 2,5 min. v řezu se začaly tvořit teplotní trhliny, podél nichž se odlupoval povlak. S rostoucím časem v záběru se teplotní trhliny natolik prohloubily a rozšířily, že po 5 min. v řezu došlo k destrukci břitů a vyštípnutí části čela VBD.

10. Závěr

Diplomová práce se zaměřuje na CVD povlaky při jejich aplikaci na VBD ze slinutých karbidů při obrábění. Je zde popsána historie povlakování, charakteristika metody CVD, popis povlakovacího procesu. V práci jsou rovněž shrnuty vlastnosti CVD povlaků pro aplikaci na slinuté karbidy včetně zkoušek, které se používají při stanovení vlastností povlaků.

Součástí práce je i vlastní experiment, kde jsou na vybraných VBD povlakovaných metodou CVD provedeny měření tvrdosti povlaků, tloušťky povlaků, adheze povlaků a teplotních trhlin.

Z provedených měření bylo zjištěno, že:

- Tloušťka povlaku nemá patrně vliv na tvrdost povlaku. Byly vybrány dva vzorky s velkou tloušťkou povlaku a dva vzorky s malou tloušťkou povlaku. Jeden ze vzorků s velkou tloušťkou povlaku (vzorek č. 4) byl nejtvrdší a druhý ze vzorků s velkou tloušťkou (vzorek č. 1) naopak dosáhl nejnižší tvrdosti.
- Tloušťka povlaku má pravděpodobně vliv na hodnotu adheze. Oba vzorky s největší tloušťkou povlaku (vzorky č. 1 a 4) dosáhly nejlepší hodnoty adheze.
- Tvrdost povlaku nemá nejspíše vliv na hodnotu adheze, protože vzorek č. 1 měl nejmenší tvrdost a dopadl v testech na adhezi povlaku nejlépe.
- Při zkouškách na teplotní trhliny dosáhly vzorky s vysokou tloušťkou povlaku horších hodnot, než vzorky s malou tloušťkou povlaku. Vysoká tloušťka povlaku tedy nezaručuje menší výskyt teplotních trhlin, naopak při příliš velké tloušťce dochází ke snadnějšímu odlupování povlaku. U frézování je břit VBD vystaven rázům, což u tlustých povlaků vede k mikrovýdrolování.

Zkoušky a měření vlastností jednotlivých povlaků se provádí pro další zlepšení vlastností povlaků a pro prodloužení životnosti VBD. Životnost VBD limituje opotřebení řezného břitu. Opotřebení je indikováno jedním nebo několika znaky a dosáhne-li určité mezní hodnoty (což se může projevit např. zhoršením kvality povrchu nebo tolerance rozměru součásti), končí životnost VBD. Moderní povlaky mohou až několikanásobně prodloužit trvanlivost nástroje a umožňují pracovat s vyššími řeznými a posuvovými rychlostmi při zachování požadované jakosti obrobeného povrchu.

Seznam použité literatury

1. HUMÁR, A. Materiály pro řezné nástroje. 1. vyd. Praha: MM publishing, 2008. 235 s. ISBN 978-80-254-2250-2.
2. SCHEDLER, Wolfgang. *Hartmetall für den Praktiker: Aufbau, Herstellung, Eigenschaften und industrielle Anwendung einer modernen Werkstoffgruppe*. Düsseldorf: Verlag des Vereins Deutscher Ingenieure, 1988. 235 s. ISBN 3-18-400803-7.
3. *Tenké vrstvy*, [online]. [cit. 4. dubna 2013]. Dostupný na World Wide Web: <http://www.ateam.zcu.cz/tenke_vrstvy_sma.pdf>
4. HUMÁR, A., *Trendy v povlakování slinutých karbidů*, [online]. [cit. 4. dubna 2013]. Dostupné na World Wide Web: <<http://www.mmspektrum.com/clanek/trendy-v-povlakovani-slinutychkarbidu>>.
5. PODJUKLOVÁ, Jitka. *Speciální technologie povrchových úprav I.*. Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, 1994. 76 s. ISBN 80-7078-235-8.
6. *Hodnocení vlastností tenkých vrstev pro aplikace na nástroje*, [online]. [cit. 4. dubna 2013]. Dostupný na World Wide Web: <<http://www.povrchovauprava.cz/uploads/assets/casopisy/pu-2007-03.pdf>>
7. PASTOR, H., BROŤEK, V. Chemické povlakování z plynné fáze. *Pokroky práškové metalurgie VÚPM*. 1979, 4, s. 289-299.
8. HOFMANN, J. Uplatnění metody chemického vylučování z plynné fáze (CVD) při povlakování slinutých karbidů. *Pokroky práškové metalurgie*. 1984, 1, s. 3-45.
9. MARŠÍČEK, R. *Postup výroby VBD*. [Elektronická prezentace]. Interní materiál firmy Pramet Tools s.r.o. určený pro školení zaměstnanců a distributorů.
10. *Slinuté karbidy a cermety*, [online]. [cit. 4. dubna 2013]. Dostupný na World Wide Web: <forme.tym.cz/files/MTC/Slinuté%20karbidy%20a%20cermety.doc>

11. PRAMET TOOLS, s.r.o. Šumperk, ČR. *Katalog frézování 2012* [online]. [cit. 4. dubna 2013]. Dostupný na World Wide Web: < <http://www.pramet.com/cz/ke-stazeni.html> >
12. HOLUBÁŘ, P., ZINDULKA, O., JÍLEK, M. *Měření vlastností povlaků na nástrojích. MM Průmyslové spektrum*. Duben 2010, s. 36. ISSN 1212-2572.
13. JECH, V., *Základní přehled metod měření tvrdosti kovů a povlaků*, [online]. [cit. 10. dubna 2013]. Dostupné na World Wide Web: <povrchari.cz/kestazeni/201005_povrchari.pdf>
14. PRAMET TOOLS, s.r.o. Šumperk, ČR. *Příručka obrábění 2004* [online]. [cit. 10. dubna 2013]. Dostupný na World Wide Web: <www.mavslovakia.sk/pdf/pramet/prirucka_cz.pdf>
15. HUMÁR, A. *Technologie I – Technologie obrábění – 1. Část., Brno: VUT – FSI v Brně, Ústav strojírenské technologie, Odbor technologie obrábění. 2003. 138 s. ISBN 80-214-2189-4.*
16. AB SANDVIK COROMANT, s.r.o., *Příručka obrábění – Kniha pro praktiky*. 1. české vydání, Praha: Nakladatelství Scientia s.r.o., 1997, ISBN 91-97 22 99-4-6
17. *Skenovací elektronový mikroskop*, [online]. [cit. 19. dubna 2013]. Dostupný na World Wide Web: < <http://www.paru.cas.cz/lem/book/Podkap/7.0.html> >